



TESIS - SK142502

# **PREPARASI DAN KARAKTERISASI MEMBRAN SERAT BERONGGA PVDF/PEG400-TiO<sub>2</sub> UNTUK PEMISAHAN LIMBAH SINTETIK AIR-MINYAK**

FITHRI YATUL HUMAIRO  
NRP 1413 201 025

DOSEN PEMBIMBING  
NURUL WIDIASTUTI, M.Si., Ph.D.  
Prof. Dr. AHMAD FAUZI ISMAIL

PROGRAM MAGISTER  
BIDANG KEAHLIAN KIMIA FISIKA  
JURUSAN KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER  
SURABAYA  
2015



THESIS - SK142502

# **PREPARATION AND CHARACTERIZATION OF PVDF/PEG400-TiO<sub>2</sub> HOLLOW FIBER MEMBRANE FOR SYNTHETIC OILY WASTEWATER TREATMENT**

FITHRI YATUL HUMAIRO  
NRP 1413 201 025

SUPERVISOR  
NURUL WIDIASTUTI, M.Si., Ph.D.  
Prof. Dr. AHMAD FAUZI ISMAIL

MAGISTER PROGRAM  
EXPERTISE FIELD OF PHYSICAL CHEMISTRY  
CHEMISTRY OF DEPARTMENT  
FACULTY MATHEMATICS AND NATURAL SCIENCES  
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER  
SURABAYA  
2015

Telah disusun untuk memenuhi salah satu syarat memperoleh gelar  
Magister Sains (M.Si.)

di  
Institut Teknologi Sepuluh Nopember

Oleh :  
**FITHRI YATUL HUMAIRO**  
NRP. 1413 201 025

Tanggal Ujian : 28 Juli 2015  
Periode Wisuda : September 2015

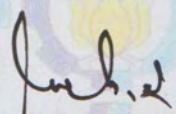
Disetujui oleh :

1.   
**Nurul Widiastuti, M.Si., Ph.D.**  
NIP. 19710425 199412 2 001

(Pembimbing)

2.   
**Prof. Dr. Ahmad Fauzi Ismail**


(Pembimbing)

3.   
**Drs. Lukman Atmaja, M.Si., Ph.D.**  
NIP. 19610816 198903 1 001


(Penguji)

4.   
**Dr. Afifah Rosvidah, M.Si.**  
NIP. 19730112 199802 2 001

(Penguji)

5.   
**Prof. Dr. R. Y. Perry Burhan, MS.**  
NIP. 19590215 198701 1 001

(Penguji)

  
Direktur Program Pascasarjana,

**Prof. Dr. Ir. Adi Suprijanto, M.T.**  
NIP. 19640405 199002 1 001



# PREPARASI DAN KARAKTERISASI MEMBRAN SERAT BERONGGA PVDF/PEG400-TiO<sub>2</sub> UNTUK PEMISAHAN LIMBAH SINTETIK AIR-MINYAK

Nama Mahasiswa : Fithri Yatul Humairo  
NRP : 1413 201 025  
Pembimbing : Nurul Widiastuti, M.Si., Ph.D  
Prof. Dr. Ahmad Fauzi Ismail

## ABSTRAK

Penggunaan teknologi membran pada proses pemisahan air-minyak masih memiliki kendala terutama pada nilai fluks yang dihasilkan. Membran PVDF/PEG400-TiO<sub>2</sub> dapat digunakan pada proses pemisahan air-minyak. Penambahan aditif PEG400 diharapkan dapat memperbesar ukuran pori membran sehingga mampu meningkatkan nilai fluks yang dihasilkan dan menjaga besarnya koefisien rejeksi. Hasil penelitian untuk variasi konsentrasi PEG400 0, 1, 2, 3, dan 4 gram menunjukkan bahwa membran dengan kinerja optimal pada membran PVDF/PEG400-TiO<sub>2</sub> konsentrasi PEG400 2 gram. Kinerjanya menghasilkan nilai fluks air murni sebesar 71,94 L/m<sup>2</sup>.jam; nilai fluks larutan minyak-air 67,52 L/m<sup>2</sup>.jam; koefisien rejeksi 96,99%; dan aktivitas fotokatalitik 99,2% dengan konsentrasi minyak-air 90 ppm. Selain itu, kinerja optimal ini didasarkan pada karakterisasi uji sudut kontak 66,92°; tegangan 2,24 MPa dan regangan 42,11%, penurunan stabilitas termal, porositas 78,86%, dan ukuran pori membran 2,286 µm. Interaksi pada membran terjadi secara fisik yang dibuktikan dengan uji XRD dan uji FT-IR. Membran konsentrasi PEG400 2 gram diaplikasikan pada variasi konsentrasi limbah sintetik air-minyak. Kinerja fluks yang dihasilkan yaitu 66,12 L/m<sup>2</sup>.jam; 62,16 L/m<sup>2</sup>.jam; 59,66 L/m<sup>2</sup>.jam dan koefisien rejeksi 97,24%; 97,86%; 98,22% dengan konsentrasi minyak-air berturut-turut 90 ppm, 125 ppm dan 160 ppm. Peningkatan nilai fluks dan penurunan koefisien rejeksi terjadi seiring dengan peningkatan konsentrasi limbah sintetik air-minyak yang digunakan.

**Kata kunci** : pemisahan air-minyak, membran, PVDF, TiO<sub>2</sub>, PEG400, kinerja membran



## PREPARATION AND CHARACTERIZATION OF PVDF/PEG400-TiO<sub>2</sub> HOLLOW FIBER MEMBRANE FOR SYNTHETIC OILY WASTEWATER TREATMENT

Name : Fithri Yatul Humairo  
Student Identity Number : 1413 201 025  
Supervisor : Nurul Widiastuti, M.Si., Ph.D  
Prof. Dr. Ahmad Fauzi Ismail

### ABSTRACT

The use of membrane technology in water-oil separation process still has disadvantages mainly on the value of the resulting flux. Membrane PVDF/PEG400-TiO<sub>2</sub> can be used in water-oil separation process. The addition of PEG400 additive is expected to enlarge the pore size of the membrane so as to increase the value of flux produced and maintain the rejection. Results on variants of PEG400 concentration, indicated that membrane with 2 gram PEG400 show the best performance in term of pure water flux (71,94 L/m<sup>2</sup>.h), flux of oil-water (67,52 L/m<sup>2</sup>.h), rejection coefficient (96,99%) and photocatalytic activity (99,2%) as oil-water concentratio of 90 ppm. In addition, optimal performance based on the characterization of the contact angle test 66,92°; stress of 2,24 Mpa, strain 42,11%, decreased in thermal stability, 78,86% porosity and pore size of the membrane 2,286 µm. The interaction of the membrane occurs physically as proved by XRD and FT-IR. PEG400 concentration of 2 grams membrane applied to various concentrations of synthetic oily wastewater. The resulting flux performance were 66,12 L/m<sup>2</sup>.h; 62,16 L/m<sup>2</sup>.h; 59,66 L/m<sup>2</sup>.h and rejection coefficient 97,24%; 97,86%; 98,22% with the oil-water concentration of 90 ppm, 125 ppm and 160 ppm respectively. The increasing of flux and decreasing of rejection coefficient proportional to the increasing concentrations of oily wastewater synthetic used.

**Keywords** : separation water-oil, membrane, PVDF, TiO<sub>2</sub>, PEG400, performance of membrane



## KATA PENGANTAR

Puji syukur kehadiran Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat, taufiq, dan hidayah-Nya, sehingga penyusun dapat menyelesaikan penulisan tesis yang berjudul **“PREPARASI DAN KARAKTERISASI MEMBRAN SERAT BERONGGA PVDF/PEG400-TiO<sub>2</sub> UNTUK PEMISAHAN LIMBAH SINTETIK AIR-MINYAK”** ini dapat diselesaikan dengan baik.

Penyusunan tesis ini dapat terselesaikan tentunya tidak lepas dari bantuan berbagai pihak yang telah memberikan saran, dukungan, dan nasehat. Pada kesempatan ini secara khusus penulis menyampaikan ucapan terimakasih kepada semua pihak yang telah berkenan membantu, baik secara moril ataupun materil, untuk itu penulis sangat berterima kasih yang sebesar-besarnya kepada:

1. Ibu Nurul Widiastuti, M.Si, Ph.D selaku dosen pembimbing, atas segala upaya dalam membimbing dengan sabar, mengarahkan, memberikan logika berpikir selama penulis melakukan penelitian hingga terselesaikannya penulisan tesis ini
2. Prof. Dr. Ahmad Fauzi Ismail selaku dosen pembimbing dan Dr. Juhana Jafar atas waktu yang diberikan dan kesabarannya membimbing penyusunan tesis ini dengan sangat baik
3. Hamzah Fansuri, M.Si, Ph.D, selaku Ketua Jurusan Kimia FMIPA-ITS
4. Prof. Mardi Santoso, Ph.D. selaku Kaprodi Magister Kimia ITS
5. Kawan-kawan di AMTEC dan MRU, terutama Chi Siang Ong, atas bantuan dan ilmu yang diberikan selama penulis melakukan penelitian di UTM
6. Seluruh staf AMTEC (*Advance Membrane of Techology*) UTM Johor Bahru Malaysia atas kerja sama dan bimbingannya
7. Bapak dan Ibu Dosen Jurusan Kimia FMIPA-ITS atas bekal ilmu yang telah diberikan selama ini
8. Ibu Siti Wafiroh, S.Si., M.Si. atas ilmu dan waktu yang diberikan selama penulisan tesis ini
9. Ayahanda (alm) dan Ibunda tercinta, serta kakak dan keluarga atas dukungan serta doa yang senantiasa dipanjatkan selama ini
10. Shabrina Adani Putri, selaku rekan seperjuangan atas segala bantuan dan kesabarannya menghadapi saya
11. Teman-teman kimia S2 angkatan 2013 atas segala dukungan, doa, dan persahabatan yang diberikan selama ini
12. Teman-teman kimia S1 Unair (Nina, Nurin, Aniq, Leli) yang senantiasa saling memberi dukungan walau kita tak bersama lagi

Penulis menyadari bahwa masih banyak terdapat kekurangan dalam penulisan tesis ini. Oleh karena itu, penulis sangat mengharapkan kritik dan saran yang membangun. Semoga laporan ini dapat bermanfaat bagi penulis dan semua pihak.

Surabaya, Agustus 2015

Penulis



## DAFTAR ISI

<b>HALAMAN JUDUL</b>	i
<b>HALAMAN PENGESAHAN</b>	iii
<b>ABSTRAK</b>	iv
<b>ABSTRACT</b>	v
<b>KATA PENGANTAR</b>	vi
<b>DAFTAR ISI</b>	vii
<b>DAFTAR GAMBAR</b>	x
<b>DAFTAR TABEL</b>	xiii
<b>DAFTAR LAMPIRAN</b>	xiv
 <b>BAB 1 PENDAHULUAN</b>	
1.1 Latar Belakang Masalah	1
1.2 Rumusan Masalah	6
1.3 Tujuan Penelitian	7
1.4 Batasan Masalah	7
1.5 Manfaat Penelitian	7
 <b>BAB 2 KAJIAN PUSTAKA DAN DASAR TEORI</b>	
2.1 Minyak	9
2.2 Metode Pemisahan Air dan Minyak	10
2.3 Membran	11
2.3.1 Klasifikasi Membran Berdasarkan Struktur	13
2.3.2 Klasifikasi Membran Berdasarkan Fungsi	14
2.3.3 Klasifikasi Membran Berdasarkan Modul	15
2.3.4 Klasifikasi Membran Berdasarkan Material Asal	18
2.4 Membran PVDF (Poli vinilidin Florida)	19
2.4.1 Teknik Pembuatan Membran PVDF	21
2.4.2 Metode Presipitasi Immersi/Rendap Endap	23
2.5 Aplikasi Membran PVDF untuk Pemisahan Air dan Minyak	24



2.6	Titanium Dioksida (TiO <sub>2</sub> )	27
2.7	Poli Etilen Glikol (PEG)	31
2.8	Karakterisasi Membran Serat Berongga PVDF/PEG400-TiO <sub>2</sub>	33
2.8.1	Uji Sudut Kontak	33
2.8.2	Uji Tarik	34
2.8.3	<i>X-Ray Diffraction (XRD)</i>	35
2.8.4	<i>FT-IR (Fourier Transform Infra-Red)</i>	36
2.8.5	<i>DSC/TGA (Differential Scanning Calorimetry/Thermal Gravimetric Analysis)</i>	37
2.8.6	Uji Porositas Membran	38
2.8.7	Uji Morfologi Membran	38
2.8.8	Fluks dan Rejeksi	39

### **BAB 3 METODOLOGI**

3.1	Alat dan Bahan	41
3.1.1	Alat	41
3.1.2	Bahan	41
3.2	Prosedur Kerja	41
3.2.1	Preparasi Membran PVDF/PEG400-TiO <sub>2</sub>	41
3.2.2	Preparasi Larutan yang Mengandung Minyak	43
3.2.3	Pembuatan Reaktor Fotokatalitik Membran untuk Aplikasi Pemisahan Limbah Sintetik Air-Minyak	44
3.3	Karakterisasi PVDF/PEG-TiO <sub>2</sub>	45
3.3.1	Uji Sudut Kontak	45
3.3.2	Uji Tarik Membran	45
3.3.3	<i>XRD (X-Ray Diffraction)</i>	46
3.3.4	<i>FT-IR (Fourier Transform Infra Red)</i>	46
3.3.5	DSC/TGA	46
3.3.6	Uji Porositas Membran	47
3.3.7	SEM-EDX	47
3.3.8	Penentuan Fluks dan Rejeksi	47



## **BAB 4 HASIL DAN PEMBAHASAN**

4.1	Preparasi Membran Serat Berongga PVDF/PEG400-TiO <sub>2</sub>	49
4.2	Karakterisasi Membran Serat Berongga PVDF/PEG400-TiO <sub>2</sub>	54
4.2.1	Uji Sudut Kontak	55
4.2.2	Uji Tarik	57
4.2.3	Uji XRD ( <i>X-Ray Diffraction</i> )	59
4.2.4	Uji FT-IR ( <i>Fourier Transform Infra-Red</i> ).	61
4.2.5	Uji DSC/TGA	63
4.2.6	Uji Porositas Membran	65
4.2.7	Uji Morfologi Membran.	66
4.3	Aplikasi Membran PVDF/PEG400-TiO <sub>2</sub>	73
4.3.1	Fluks dan Rejeksi Membran PVDF/PEG400-TiO <sub>2</sub>	73
4.3.2	Aktivitas Fotokatalitik Membran PVDF/PEG400-TiO <sub>2</sub>	78
4.4	Karakterisasi Membran Serat Berongga PVDF/PEG400-TiO <sub>2</sub> Setelah Aplikasi	81
4.4.1	Uji SEM-EDX	81
4.4.2	Uji FT-IR	84

## **BAB 5 KESIMPULAN DAN SARAN**

5.1	Kesimpulan	85
5.2	Saran	85

## **DAFTAR PUSTAKA**

87

## **LAMPIRAN**

95



## DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Skema Proses Pemisahan Dua Fase pada Membran	12
Gambar 2.2	Skema Kisaran Aplikasi pada Proses Pemisahan Menggunakan Membran	14
Gambar 2.3	Metode Dalam ke Luar dan Metode Luar ke Dalam pada Modul Serat Berongga	18
Gambar 2.4	Diagram Segitiga Sistem Terner	23
Gambar 2.5	Struktur Kristal $\text{TiO}_2$ Anatas	27
Gambar 2.6	Mekanisme Proses Fotokatalitik $\text{TiO}_2$	29
Gambar 2.7	Skema Representatif Gambar Digital Sudut Kontak Cairan pada Permukaan	33
Gambar 2.8	Skema XRD dari Prinsip Hukum Bragg	35
Gambar 2.9	Prinsip Kerja FT-IR	36
Gambar 2.10	Kurva Termogram DSC	37
Gambar 2.11	Kurva Termogram TGA	38
Gambar 2.12	Skema Kerja SEM	39
Gambar 3.1	Skema Diagram Proses <i>Dry-Wet Spinning</i>	42
Gambar 3.2	Modul Membran Serat Berongga	43
Gambar 3.3	Desain Reaktor Fotokatalitik Membran Serat Berongga Dimodifikasi	44
Gambar 4.1	Larutan Cetak Membran Serat Berongga PVDF/PEG400- $\text{TiO}_2$	50
Gambar 4.2	Hubungan Antara Konsentrasi PEG400 dan Viskositas Larutan	51
Gambar 4.3	Membran Serat Berongga dengan Hasil yang Baik	54
Gambar 4.4	Hasil <i>Spinning</i> Membran Serat Berongga dalam Bak Koagulasi	54
Gambar 4.5	Hubungan Antara Konsentrasi PEG400 dan Sudut Kontak	55
Gambar 4.6	Hasil Gambar Digital Sudut Kontak pada Permukaan	



	Membran (Keterangan: a. PEG400 0 gram; b. PEG400 1 gram; c. PEG400 2 gram; d. PEG400 3 gram; dan e. PEG400 4 gram)	55
Gambar 4.7	Hubungan Antara Konsentrasi PEG400 dengan Tegangan dan Regangan	58
Gambar 4.8	Difraktogram (A) PVDF; (B) Membran PVDF; (C) TiO <sub>2</sub> ; (D) Membran PVDF/TiO <sub>2</sub> ; (E) Membran PVDF/PEG400-TiO <sub>2</sub>	60
Gambar 4.9	Spektrum IR (A) Membran PVDF-TiO <sub>2</sub> dan (B) Membran PVDF/PEG400-TiO <sub>2</sub>	62
Gambar 4.10	Termogram TGA Membran PVDF-TiO <sub>2</sub> dan Membran PVDF/PEG400-TiO <sub>2</sub>	64
Gambar 4.11	Hubungan Antara Konsentrasi PEG400 dengan Porositas Membran	65
Gambar 4.12	Hasil SEM Morfologi Permukaan Membran PVDF/PEG400-TiO <sub>2</sub> (A). Konsentrasi PEG400 0 gram; (B). Konsentrasi PEG400 2 gram; dan (C). Konsentrasi PEG400 4 gram	67
Gambar 4.13	Hubungan Antara Konsentrasi PEG400 dengan Ukuran Pori Membran	68
Gambar 4.14	Hasil SEM Penampang Lintang Membran Serat Berongga PVDF/PEG400-TiO <sub>2</sub> (Keterangan: (A) Secara utuh; (B) Konsentrasi PEG400 0 gram; (C) Konsentrasi PEG400 2 gram; dan (D) Konsentrasi PEG400 4 gram)	69
Gambar 4.15	Hasil EDX Membran PVDF/PEG400-TiO <sub>2</sub> pada (A) Permukaan dan (B) Penampang Lintang Konsentrasi PEG400 0 gram; (C) Permukaan dan (D) Penampang Lintang Konsentrasi PEG400 2 gram; (E) Permukaan dan (F) Penampang Lintang Konsentrasi PEG400 4 gram	71
Gambar 4.16	Hasil Uji EDX pada Permukaan Membran	



	PVDF/PEG400-TiO <sub>2</sub> (A) Unsur O; (B) Unsur Ti; (C) Unsur F pada Membran Konsentrasi PEG400 0 gram; (D) Unsur O; (E) Unsur Ti; (F) Unsur F pada Membran Konsentrasi PEG400 2 gram; dan (G) Unsur O; (H) Unsur Ti; (I) Unsur F pada Membran Konsentrasi PEG400 4 gram	72
Gambar 4.17	Hasil Uji EDX pada Penampang Lintang Membran PVDF/PEG400-TiO <sub>2</sub> (A) Unsur O; (B) Unsur Ti; (C) Unsur F pada Membran Konsentrasi PEG400 0 gram; (D) Unsur O; (E) Unsur Ti; (F) Unsur F pada Membran Konsentrasi PEG400 2 gram; dan (G) Unsur O; (H) Unsur Ti; (I) Unsur F pada Membran Konsentrasi PEG400 4 gram	72
Gambar 4.18	Modul Membran (A) Untuk Fluks Air Murni dan (B) Untuk Aplikasi Pemisahan Limbah Sintetik Air-Minyak	73
Gambar 4.19	Hubungan Antara Konsentrasi PEG400 dengan Nilai Fluks dan Rejeksi Membran PVDF/PEG400-TiO <sub>2</sub>	74
Gambar 4.20	Hubungan Antara Variasi Konsentrasi Limbah Sintetik Air-Minyak dengan Fluks dan Rejeksi Membran	76
Gambar 4.21	Hubungan Antara Waktu dan Kandungan TOC	78
Gambar 4.22	Hubungan Antara Waktu dan TOC pada Variasi Konsentrasi Limbah Sintetik Air-Minyak	80
Gambar 4.23	Hasil Uji SEM Permukaan Membran (A) Sebelum Aplikasi; (B) Setelah Aplikasi dan Hasil Uji EDX Permukaan Membran (C) Sebelum Aplikasi; (D) Setelah Aplikasi Serta Hasil Uji SEM Penampang Lintang Membran (E) Sebelum Aplikasi; (F) Sesudah Aplikasi dan Hasil Uji EDX Penampang Lintang Membran (G) Sebelum Aplikasi; (H) Setelah Aplikasi	82
Gambar 4.24	Hasil Analisis FT-IR Membran PVDF/PEG400-TiO <sub>2</sub> Sebelum dan Sesudah Aplikasi	84



## DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	Perbandingan Empat Metode Pemisahan Air dan Minyak	10
Tabel 2.2	Klasifikasi Membran Berdasarkan Struktur	13
Tabel 2.3	Prinsip Pemisahan Membran Mikrofiltrasi dan Membran Ultrafiltrasi	15
Tabel 2.4	Klasifikasi Membran Berdasarkan Modul	16
Tabel 2.5	Studi Literatur Modul Membran untuk Pemisahan Air dan Minyak	17
Tabel 2.6	Klasifikasi Membran Berdasarkan Material Asal	18
Tabel 2.7	Studi Literatur Polimer yang Digunakan Bahan Baku Membran untuk Pemisahan Air dan Minyak	19
Tabel 2.8	Sifat Umum PVDF	20
Tabel 2.9	Sifat PVDF yang Mendukung PVDF Sebagai Material Membran	20
Tabel 2.10	Teknik Pembuatan Membran PVDF	21
Tabel 2.11	Studi Literatur Membran PVDF untuk Pemisahan Air dan Minyak	24
Tabel 2.12	Sifat TiO <sub>2</sub>	27
Tabel 2.13	Studi Literatur Aditif untuk Meningkatkan Nilai Fluks Membran PVDF-TiO <sub>2</sub>	30
Tabel 2.14	Studi Literatur Penggunaan Aditif PEG	32
Tabel 2.15	Sifat Fisika dan Kimia PEG400	33
Tabel 3.1	Kondisi <i>Spinning</i> Serat Berongga	42
Tabel 4.1	Komposisi Larutan Cetak Membran Serat Berongga PVDF/PEG400-TiO <sub>2</sub>	50
Tabel 4.2	Kondisi <i>Spinning</i> Preparasi Membran Serat Berongga PVDF/PEG400-TiO <sub>2</sub>	52
Tabel 4.3	Perbandingan Interpretasi Spektrum IR Membran PVDF-TiO <sub>2</sub> dan Membran PVDF/PEG400-TiO <sub>2</sub>	62



## DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran A	Skema Kerja	95
Lampiran B	Viskositas Larutan dan Uji Sudut Kontak	97
Lampiran C	Uji Tarik	98
Lampiran D	Uji XRD	100
Lampiran E	Uji FT-IR ( <i>Fourier Transform Infra Red</i> )	107
Lampiran F	Uji DSC/TGA	108
Lampiran G	Uji Porositas	110
Lampiran H	Uji Morfologi Membran	114
Lampiran I	Fluks dan Rejeksi Membran	122
Lampiran J	Aktivitas Fotokatalitik Membran	132
Lampiran K	Uji SEM-EDX Setelah Aplikasi	135



# BAB 1

## PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang Masalah

Pemisahan air dan minyak pada limbah merupakan masalah yang banyak dijumpai, mulai dari tumpahnya minyak di laut, limbah perusahaan yang tidak sengaja terbuang di sungai, kebocoran ladang minyak lepas pantai, hingga limbah pencucian kendaraan bermotor yang sekarang banyak di kota besar. Pada saat terjadi pencucian kendaraan bermotor setiap hari, kendaraan roda dua memerlukan 60 – 100 liter air dan kendaraan roda empat 4 – 6 kali lipatnya. Setiap hari, usaha pencucian rata-rata mampu mencuci 8 – 16 kendaraan roda empat per hari dan 15 kendaraan roda dua per hari. Dari semua itu, satu hari usaha pencucian kendaraan bermotor menghasilkan limbah  $\pm 4000$  L (Kuhon, 2008). Bila limbah minyak-air tersebut dibuang akan menutup suplai oksigen dan mencemari mikroorganisme tanah. Selain itu, limbah minyak-air dari kendaraan bermotor dengan konsentrasi 86 – 159 mg/L berpotensi untuk didaur ulang, sehingga sumber air bersih didapatkan setiap hari (Priyanti, 2012). Oleh karena itu, diperlukan penyelesaian cara pengolahan limbah minyak-air agar tidak berdampak luas pada pencemaran lainnya.

Metode membran merupakan salah satu metode pemisahan minyak-air yang berpotensi relatif terhadap metode flotasi, koagulasi, dan biologi. Metode flotasi memiliki kelebihan mampu memisahkan limbah minyak-air dengan baik, namun membutuhkan energi yang tinggi (Yu, dkk, 2013). Metode koagulasi memiliki kelebihan meningkatkan efisiensi pemisahan minyak-air hingga 99%, namun memerlukan biaya tinggi dan menimbulkan polutan sekunder (Yu, dkk., 2013 dan Zeng, dkk, 2007). Sedangkan metode biologi mampu meningkatkan efisiensi pemisahan minyak-air jika ditambahkan aditif dan dapat dikombinasikan dengan metode lain, namun selalu membutuhkan kombinasi metode lain untuk mendapatkan hasil yang maksimal (Scholz dan Fuchs, 2000). Sementara metode membran memiliki kelebihan biaya pemisahan minyak-air relatif rendah, metoda dapat



dikombinasi, kinerja konstan, dan penambahan aditif anorganik mampu meningkatkan kinerja membran. Namun, membran juga memiliki kelemahan dengan waktu pemakaian relatif singkat (Yu, dkk., 2013; Song, dkk., 2006; Yang, dkk., 2011; dan Cui, dkk., 2008). Oleh karena itu, pada penelitian ini digunakan metode pemisahan minyak-air menggunakan membran.

Teknologi membran untuk pemisahan minyak-air termasuk dalam proses ultrafiltrasi menggunakan membran berpori asimetrik dengan ukuran pori  $\approx 1 - 100$  nm. Dalam proses pemisahan ultrafiltrasi, prinsip pemisahannya berdasarkan ukuran pori dari umpan yang dipisahkan dengan gaya dorong tekanan  $1 - 5$  bar (Mulder, 1996). Proses ultrafiltrasi dapat digunakan untuk pemisahan minyak-air berdasarkan perbedaan ukuran partikel minyak dan air. Partikel minyak memiliki diameter  $\pm 5$   $\mu\text{m}$  dan partikel air memiliki diameter  $0,000275$   $\mu\text{m}$ . Dengan menggunakan proses ultrafiltrasi pada membran, maka membran akan menahan partikel minyak dan meloloskan partikel air (Ong, dkk., 2013 dan Aryanti, dkk., 2013). Permasalahan membran ultrafiltrasi adalah penyumbatan, karena proses ultrafiltrasi ini berdasarkan ukuran pori dan gaya dorong tekanan. Berdasarkan penelitian Zhang, dkk (2014) menjelaskan membran dengan prinsip ultrafiltrasi untuk pemisahan limbah yang mengandung minyak mengalami penyumbatan pada menit ke 150 yang ditunjukkan dengan nilai fluks turun menjadi  $130 \text{ L.m}^{-2}.\text{jam}^{-1}$  dari nilai fluks awal  $160 \text{ L.m}^{-2}.\text{jam}^{-1}$  pada menit ke 30. Dengan penurunan nilai fluks tersebut, maka perlu diteliti untuk menemukan penyelesaiannya.

Upaya untuk mengatasi masalah penyumbatan adalah dengan merancang bahan membran yang memiliki sifat sangat tidak reaktif. Penyumbatan terjadi akibat terakumulasinya partikel dari larutan umpan pada permukaan membran, sehingga diperlukan tingginya kecepatan pengaliran sampel yang akan dipisahkan untuk menyapu partikel yang menyumbat tersebut dan tekanan yang rendah untuk menghindari pemadatan partikel di permukaan membran. Inilah yang menunjukkan bahwa bahan membran tidak boleh memiliki kepekaan tinggi atau tidak reaktif (Winduwati, dkk., 2000). Beberapa bahan membran yang pernah digunakan untuk



aplikasi pemisahan minyak-air antara lain: PVDF (Polivinilidena fluorida) yang dibuat dengan teknik inversi fasa menghasilkan kinerja fluks  $118 \text{ L.m}^{-2}.\text{jam}^{-1}$  dan rejeksi 98,20% pada konsentrasi minyak-air 180 ppm (Madaeni dan Yeganeh, 2003); zeolit yang dibuat dengan metode *template leaching* menghasilkan kinerja fluks  $244 \text{ L.m}^{-2}.\text{jam}^{-1}$  dan rejeksi 93,80% pada konsentrasi minyak-air 250 – 3000 ppm (Abbasi, dkk., 2010); PES (Polietersulfon) yang dibuat dengan teknik inversi fasa menghasilkan kinerja fluks  $82,98 \text{ L.m}^{-2}.\text{jam}^{-1}$  dan rejeksi 93,33% pada konsentrasi minyak-air 900 ppm (Chen, dkk., 2009); dan PSf (Polisulfon) yang dibuat dengan teknik inversi fasa menghasilkan kinerja fluks  $72,9 \text{ L.m}^{-2}.\text{jam}^{-1}$  dan rejeksi 96,60% pada konsentrasi minyak-air 100 ppm (Chakrabarty, dkk., 2010). Dari beberapa material tersebut, PVDF merupakan material membran yang menunjukkan kinerja tinggi pada konsentrasi umpan 180 ppm untuk pemisahan minyak-air pada limbah pencucian kendaraan bermotor yang umumnya berkonsentrasi antara 86-159 mg/L.

PVDF merupakan fluoropolimer termoplastik murni yang memiliki beberapa keunggulan yaitu bersifat sangat tidak reaktif, sehingga mampu meminimalisir terjadinya penyumbatan (Mulder, 1996). Selain itu, PVDF dapat digunakan pada rentang pH yang relatif tinggi (pH 4 – 9), sehingga dapat digunakan pada limbah pencucian kendaraan bermotor pada rentang pH yang lebih luas (Madaeni dan Yeganeh, 2003). PVDF memiliki kestabilan termal yang baik hingga dapat mencapai suhu  $200^{\circ}\text{C}$ , sehingga dapat digunakan pada limbah yang baru saja dihasilkan dari pencucian kendaraan bermotor (Hassankiadeh, 2014). Namun, PVDF juga memiliki kelemahan seperti yang dilaporkan oleh Kong dan Li (1999) yang membuat membran PVDF untuk aplikasi pemisahan minyak-air. Membran PVDF tersebut hanya mampu menghasilkan rejeksi 77% sehingga diperlukan upaya untuk meningkatkan kinerja membran PVDF.

Salah satu upaya meningkatkan kinerja membran PVDF adalah dengan menambahkan aditif  $\text{TiO}_2$ . Berdasarkan penelitian Teow, dkk. (2012), membran PVDF- $\text{TiO}_2$  menghasilkan nilai fluks sebesar  $43,21 \text{ L.m}^{-2}.\text{jam}^{-1}$  dan nilai koefisien rejeksi sebesar 98,28%. Dalam penelitian tersebut dijelaskan bahwa penambahan



TiO<sub>2</sub> sebagai fotokatalis mampu meningkatkan sifat anti penyumbatan (*antifouling*) membran. TiO<sub>2</sub> merupakan oksida logam titanium yang memiliki aktivitas fotokatalitik paling besar. Hal ini karena pada struktur anatase memiliki struktur rantai oktahedron yang terbentuk dari tiap satu ion Ti<sup>2+</sup> dikelilingi 6 ion O<sup>2-</sup>. Dari elektron dan proton tersebut, maka ketika fotokatalis menyerap sinar UV, elektron pada pita konduksi akan tereksitasi ke pita valensi dan meninggalkan lubang. Elektron yang tereksitasi tersebut akan melakukan rekombinasi, sehingga terjadi reaksi oksidasi dan oksidasi yang menghasilkan ion radikal untuk mendegradasi minyak sebagai polutan. Akan tetapi, kelemahan dari pemisahan air dan minyak menggunakan membran PVDF-TiO<sub>2</sub> ini adalah nilai fluks yang menjadi kecil (Seymour dan Cheng, 1986; Yuliwati dan Ismail, 2011).

Fluks atau permeabilitas merupakan jumlah volume permeat yang melewati membran per satuan luas permukaan per satuan waktu (Mulder, 1996). Untuk meningkatkan nilai fluks, maka pori membran harus diperbesar. Dengan ukuran pori yang semakin besar, maka jumlah volume permeat yang melewati membran akan semakin besar pula. Penambahan aditif telah dilaporkan mampu meningkatkan nilai fluks. Beberapa aditif yang telah digunakan untuk meningkatkan nilai fluks yaitu Fosforilasi TiO<sub>2</sub>/SiO<sub>2</sub> (PTS) dengan nilai fluks 116 L.m<sup>-2</sup>.jam<sup>-1</sup> dan rejeksi 92% (Zhang, dkk., 2013), Polibenzimidazol (PBI) dan Poli Etilen Glikol (PEG) dengan nilai fluks 98 L.m<sup>-2</sup>.jam<sup>-1</sup> dan rejeksi 99% (Xu, dkk., 1999), Fosforilasi Silika Nanotube (PSNTs) dengan nilai fluks 251 L.m<sup>-2</sup>.jam<sup>-1</sup> dan rejeksi 95,51% (Zhang, dkk., 2013), serta Poliamida dan Poli Vinil Alkohol (PVA) dengan nilai fluks 190 L.m<sup>-2</sup>.jam<sup>-1</sup> dan rejeksi 98,5% (Shu, dkk., 2006). Berdasarkan keempat bahan aditif yang digunakan tersebut, aditif yang dapat digunakan untuk meningkatkan nilai fluks yaitu PEG. Aditif PEG memberikan nilai rejeksi yang paling besar dan nilai fluks yang relatif besar pula. Dengan demikian, aditif PEG dapat digunakan untuk meningkatkan nilai fluks.

Fungsi PEG sebagai aditif adalah untuk memperbesar pori dengan tetap menjaga ketahanan atau resistansi membran terhadap faktor eksternal, sehingga



mampu meningkatkan fluks tanpa banyak menurunkan nilai rejeksi (Xu, dkk, 1999). Penelitian Rosnelly (2012) menunjukkan bahwa penambahan PEG mampu meningkatkan fluks dari  $74,6 \text{ L.m}^{-2}.\text{jam}^{-1}$  tanpa PEG menjadi  $96,7 \text{ L.m}^{-2}.\text{jam}^{-1}$  dengan penambahan PEG. Hal tersebut terjadi karena PEG mampu memperbesar pori membran. Karena PEG berada bersama-sama polimer matriks membran, maka pada saat pencetakan membran dengan teknik inversi fasa rendap endap, PEG yang juga larut dalam non pelarut yang digunakan, yaitu air, mampu berdifusi cepat kedalam air dan meninggalkan pori besar dalam matriks membran.

PEG merupakan salah satu jenis polimer sintetik dari oksietilen yang bersifat stabil, mudah larut dalam air hangat, tidak berbau, dan higroskopik. Pada umumnya, PEG memiliki berat molekul antara 200 – 300.000, yang sifat kimia dan sifat fisiknya tergantung pada berat molekul yang dimiliki (Attwood dan Florence, 2008). Dalam aplikasinya sebagai aditif pada preparasi membran, beberapa PEG yang digunakan yaitu PEG600 dengan nilai fluks  $320 \text{ L.m}^{-2}.\text{jam}^{-1}$  dan rejeksi 89,5% (Song, dkk., 2012), PEG400 dengan nilai fluks  $144,5 \text{ L.m}^{-2}.\text{jam}^{-1}$  dan rejeksi 97,7% (Saljoughi, dkk., 2010), dan PEG1500 dengan nilai fluks  $240 \text{ L.m}^{-2}.\text{jam}^{-1}$  dan rejeksi 86,5% (Yunos, dkk., 2014). Dari beberapa jenis PEG yang digunakan tersebut, yang menghasilkan fluks dan nilai koefisien rejeksi yang besar yaitu PEG400 dengan nilai fluks yang lebih besar dibandingkan penelitian Yuliwati dan Ismail (2011); Ong, dkk. (2013) dan nilai koefisien rejeksi yang cukup besar. Diharapkan dengan penambahan aditif PEG400 pada membran PVDF-TiO<sub>2</sub> akan mampu meningkatkan nilai fluks. Dengan nilai fluks dan rejeksi yang lebih besar, maka akan mampu meningkatkan efektivitas dan efisiensi kinerja membran jika diaplikasikan dalam skala yang lebih besar.

Dalam aplikasi membran, modul membran sangat mempengaruhi kinerja teknologi membran yang digunakan. Penelitian terdahulu yang dilakukan oleh Hai, Yamamoto, dan Fukushi (2005) membandingkan modul datar dan modul serat berongga yang kinerjanya dapat dilihat dari kecenderungan terjadinya penyumbatan, mekanisme penyumbatan, serta fluks dan rejeksi saat operasional. Pada modul datar,



kecenderungan terjadinya penyumbatan sebesar 86% dengan kinerja dapat dilihat dari nilai fluks operasional sebesar  $1,3 \text{ L.m}^{-2}.\text{jam}^{-1}$  dan nilai rejeksi sebesar 98 – 99%. Sedangkan untuk modul serat berongga, kecenderungan terjadinya penyumbatan sebesar 65% yang kinerjanya dilihat dari fluks operasional sebesar  $0,288 \text{ L.m}^{-2}.\text{jam}^{-1}$  dan nilai rejeksi sebesar 97,7 – 99%. Berdasarkan kedua modul tersebut, modul yang digunakan dalam penelitian ini yaitu membran serat berongga. Adapun keunggulan modul serat berongga ini dibandingkan modul datar adalah nilai kecenderungan terjadinya penyumbatan yang relatif kecil, fluks dan rejeksi yang cukup tinggi, dan distribusi ukuran pori yang merata (Mulder, 1996). Membran PVDF dengan modul serat berongga ini akan dibuat dengan teknik inversi fasa rendam endap. Adapun variabel yang divariasi dalam penelitian ini yaitu konsentrasi penambahan aditif PEG400 dan konsentrasi larutan air-minyak.

## **1.2 Rumusan Masalah**

Berdasarkan uraian di atas, membran PVDF yang memiliki kelemahan kinerja pada singkatnya waktu pemakaian telah ditambahkan logam oksida  $\text{TiO}_2$  sehingga waktu pemakaian bertambah menjadi lebih panjang. Akan tetapi membran PVDF- $\text{TiO}_2$  memiliki kelemahan kinerja pada rendahnya nilai fluks, sehingga diperlukan solusi berupa penambahan aditif agar nilai fluks meningkat dan nilai koefisien rejeksi tetap besar. Salah satu aditif yang dapat ditambahkan untuk meningkatkan nilai fluks yaitu PEG400 yang berfungsi untuk memperbesar pori, sehingga nilai fluks akan meningkat. Oleh karenanya, dalam penelitian ini dipelajari pengaruh penambahan aditif PEG400 pada membran PVDF- $\text{TiO}_2$  dengan variasi konsentrasi berat PEG400 0 gram; 1 gram; 2 gram; 3 gram; dan 4 gram pada pembuatan larutan cetak membran. Kemudian membran PVDF/PEG400- $\text{TiO}_2$  akan diaplikasikan pada limbah sintetik air-minyak dengan variasi konsentrasi 90 ppm; 125 ppm; dan 160 ppm.



### **1.3 Tujuan Penelitian**

Tujuan penelitian ini adalah untuk meningkatkan kinerja membran PVDF-TiO<sub>2</sub> khususnya fluks membran dengan penambahan PEG400 pada konsentrasi yang divariasikan untuk pemisahan limbah sintetik air-minyak.

### **1.4 Batasan Masalah**

Batasan masalah pada penelitian ini adalah (a) PEG400 yang ditambahkan pada membran PVDF-TiO<sub>2</sub> adalah 0 gram; 1 gram; 2 gram; 3 gram; 4 gram dan (b) limbah sintetik air-minyak yang digunakan divariasikan 90 ppm, 125 ppm, dan 160 ppm. Karakterisasi membran serat berongga yang dihasilkan dengan penambahan PEG400 ini antara lain: SEM-EDX, *Contact Angle Goniometer*, XRD, FT-IR, DSC/TGA, uji tarik, porositas, serta fluks dan rejeksi.

### **1.5 Manfaat Penelitian**

Penelitian ini diharapkan dapat berkontribusi pada pengembangan penelitian tentang membran PVDF-TiO<sub>2</sub> dengan menambahkan PEG400 dalam upaya untuk meningkatkan fluks, namun tetap mempertahankan nilai koefisien rejeksinya dan sifat anti penyumbatan yang meningkat. Dengan hasil penelitian ini, diharapkan akan mampu diterapkan untuk proses pemisahan air-minyak seperti pada pemisahan air-minyak pada limbah pencucian kendaraan bermotor.



*“Halaman ini sengaja dikosongkan”*

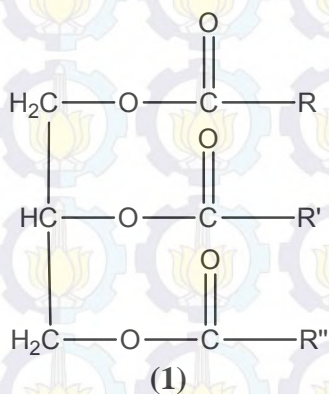


## BAB 2

### KAJIAN PUSTAKA DAN DASAR TEORI

#### 2.1 Minyak

Minyak merupakan komponen utama yang banyak terdapat dalam air limbah tempat cuci kendaraan bermotor. Minyak merupakan salah satu jenis lipid yang merupakan senyawa organik di alam dan sukar larut dalam air, tetapi mudah larut dalam pelarut organik nonpolar. Minyak tergolong senyawa trigliserida yang tersusun atas tiga unit asam lemak atau tiga gugus ester. Dalam struktur minyak (1), tiga gugus ester ( $R$ ,  $R'$ , dan  $R''$ ) mewakili rantai hidrokarbon yang panjang.



Adapun sifat dari minyak antara lain: (a) Tidak larut dalam air, tetapi dapat larut dalam pelarut organik seperti benzena, kloroform, dan eter; (b) Minyak pada suhu kamar berwujud cair; (c) Minyak merupakan ester yang terbentuk dari asam-asam lemak dan gliserol yang reaksinya tergolong reaksi esterifikasi; d) Minyak lebih banyak mengandung asam lemak tak jenuh (asam karboksilat rantai panjang) yang mempunyai satu atau lebih ikatan rangkap sehingga titik lelehnya lebih rendah (Ketaren, 2008). Air limbah yang mengandung minyak pada permukaannya akan tertutupi oleh emulsi air dalam minyak sehingga suplai oksigen berkurang yang akhirnya dapat merugikan banyak makhluk hidup. Berkurangnya suplai oksigen akan menghambat pertumbuhan mikroorganisme yang ada di dalamnya dan dapat pula mengakibatkan kematian mikroorganisme tersebut.



## 2.2 Metode Pemisahan Air dan Minyak

Untuk mencegah pencemaran lingkungan dari limbah cair yang mengandung minyak, maka diperlukan metode pemisahan air dan minyak yang efisien. Berikut perbandingan metode pemisahan air dan minyak,

Tabel 2.1 Perbandingan Empat Metode Pemisahan Air dan Minyak

Metode Pemisahan dan Prinsip Kerja	Kelebihan	Kelemahan	Pustaka
<b>Flotation</b> Prinsip kerja: metode pemisahan dengan gelembung udara	Dalam memisahkan padatan tersuspensi, flotasi yang terlarut tinggal di alat pemisah dalam waktu lama.	Dengan tinggalnya flotasi maka konsumsi energi tinggi.	Yu, dkk. (2013)
	Penggunaan <i>peeling flotation</i> mampu membuat efek pemisahan lebih baik dan stabil.	Efek samping <i>peeling flotation</i> yaitu hasil flotasi menjadi keras.	
<b>Koagulasi</b> Prinsip kerja: Penambahan koagulan untuk membuat partikel campuran terikat bersama dan mengendap	Penggunaan komposit koagulan dan agregasi komposit mampu meningkatkan efisiensi pemisahan hingga 99% dan total padatan lebih kecil.	Penggunaan agregasi komposit membutuhkan biaya tinggi dan menimbulkan polutan sekunder.	Yu, dkk. (2013); Zeng, dkk. (2007)
<b>Biological Treatment</b> Prinsipk: Penggunaan mikrobiologi	Dengan penambahan bahan aditif dan kombinasi dengan metode lainnya akan meningkatkan penghilangan COD.	Memerlukan metode lain untuk hasil yang lebih baik, misal membran bioreaktor.	Scholz dan Fuchs (2000)
<b>Teknologi Pemisahan Membran</b> Prinsip kerja: Penggunaan lapisan tipis yang selektif	Penggunaan membran filtrasi dengan penambahan partikel anorganik mampu meningkatkan sifat <i>antipenyumbatan</i> dan fluks.	Memiliki <i>life time</i> yang relatif singkat karena terjadinya penyumbatan.	Yu, dkk. (2013)
	Biaya pemisahan relatif rendah, metode dapat dikombinasi, dan kinerja membran konstan.		Song, dkk. (2006), Yang, dkk. (2011), dan Cui, dkk. (2008)

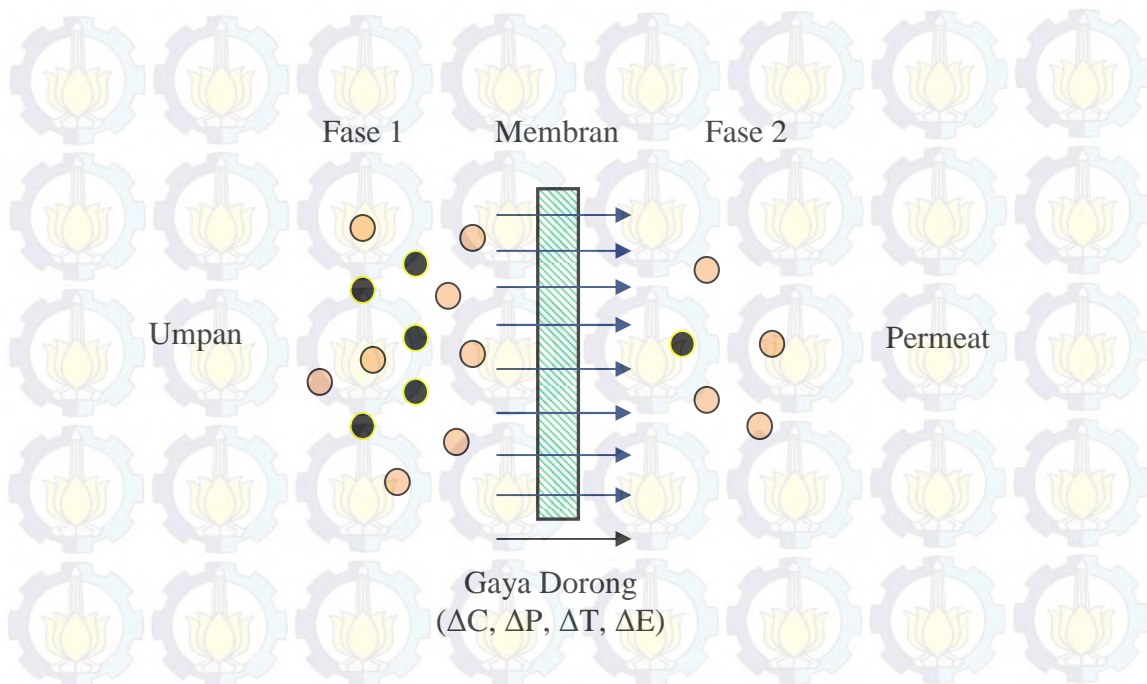


Tabel 2.1 di atas menunjukkan empat metode yang pernah dilakukan dalam memisahkan air dan minyak, yaitu flotasi, koagulasi, *biological treatment*, dan membran. Salah satu metode yang memiliki keunggulan lebih baik dan kelemahan paling kecil adalah metode membran. Penelitian tentang pemisahan air dan minyak menggunakan membran dalam publikasi Yu, dkk. (2013) yang menunjukkan penggunaan membran filtrasi dengan penambahan nanopartikel anorganik mampu meningkatkan sifat anti penyumbatan dan fluks hingga 100%. Akan tetapi kelemahan membran dari hasil penelitian ini adalah memiliki *life time* yang relatif singkat meskipun dilakukan *back wash* untuk meregenerasi sifat membran. Penelitian lain dilakukan oleh Song, dkk. (2006), Yang, dkk. (2011), dan Cui, dkk. (2008) yang menunjukkan beberapa keunggulan membran adalah biaya pemisahan relatif rendah, tidak menghasilkan limbah atau polutan baru, metode pemisahan dapat dikombinasi dengan metode lain, dan kinerja membran relatif konstan. Beberapa keunggulan tersebut mampu membuat teknologi pemisahan dengan membran ini menjadi relatif cukup baik untuk saat ini dibandingkan metode lainnya, meskipun memiliki kelemahan pada waktu pemakaian yang relatif singkat.

### 2.3 Membran

Membran berasal dari Bahasa Latin, yaitu *membrana* yang berarti potongan kain, kulit kertas. Mulder (1996) mendefinisikan membran sebagai sebuah penghalang tipis yang hanya melewatkan komponen tertentu dan menahan komponen lainnya dari aliran suatu fluida yang dilewatkan. Proses pemisahan tersebut dapat terjadi karena adanya proses fisika kimia antara membran dengan komponen yang akan dipisahkan. Selain itu, adanya gaya dorong (*driving force*) juga menyebabkan terjadinya pemisahan. Adapun gaya dorong tersebut terdiri dari gradien konsentrasi ( $\Delta C$ ), gradien tekanan ( $\Delta P$ ), gradien suhu ( $\Delta T$ ), dan gradien potensial ( $\Delta E$ ). Proses pemisahannya dapat dijelaskan melalui Gambar 2.1.





Gambar 2.1 Skema Proses Pemisahan Dua Fase pada Membran (Mulder, 1996)

Proses pemisahan yang selektif membuat teknologi membran mengalami perkembangan cukup pesat dibandingkan teknologi pemisahan yang lain karena teknologi membran memiliki beberapa keunggulan, antara lain: (a) Proses pemisahan dapat berlangsung secara kontinyu dan spesifik, (b) Energi yang digunakan saat proses pemisahan sangat kecil, (c) Proses pembuatan membran dapat dikombinasi dengan metode pemisahan yang lain, (d) Sifat membran dapat disesuaikan dengan aplikasinya, (e) Zat kimia tambahan atau zat aditif yang digunakan tidak banyak, (f) Proses pemisahan larutan peka terhadap suhu yang ada, dan (g) Proses pemisahannya tidak destruktif terhadap zat-zat yang dipisahkan. Keunggulan utama dari proses pemisahan menggunakan membran ini adalah karena membran termasuk salah satu teknologi bersih (*clean technology*) yang tidak menghasilkan limbah baru dan mampu memanfaatkan limbah yang ada dan membran merupakan teknologi yang kompatibel. Selain memiliki keunggulan, teknologi membran juga memiliki kelemahan, yaitu rentan akan terjadinya penyumbatan dan *lifetime* membran yang cukup singkat (Mulder, 1996 dan Wenten, 2001).

Mulder (1996) mengklasifikan membran berdasarkan beberapa hal, yaitu struktur, modul atau bentuk, fungsi, dan material asal.



### 2.3.1 Klasifikasi Membran Berdasarkan Struktur

Klasifikasi pertama yang dibahas yaitu klasifikasi berdasarkan struktur membran yang dijelaskan dalam Tabel 2.2

Tabel 2.2 Klasifikasi Membran Berdasarkan Struktur

No	Klasifikasi Membran	Keterangan	Contoh Aplikasi	Pustaka
1.	Membran berpori	Membran yang memiliki pori dan pemisahannya berdasarkan prinsip perbedaan ukuran partikel dengan ukuran pori membran.	a. Mikrofiltrasi seperti melewati air, menahan mikroba, dan lainnya. b. Ultrafiltrasi seperti menahan garam mineral dan lainnya.	Mulder (1996)
2.	Membran nonpori	Membran yang tidak memiliki pori dengan prinsip pemisahan berdasarkan perbedaan kelarutan dan kemampuan difusi.	a. Permeasi gas; b. Pervaporasi; c. Dialisis.	

Tabel 2.2 tentang klasifikasi membran berdasarkan struktur di atas, maka dalam penelitian ini menggunakan membran berpori karena aplikasinya untuk pemisahan (pervaporasi). Adapun prinsip kerja dari membran berpori ini berdasarkan perbedaan ukuran partikel yang akan dipisahkan (air dan minyak) dengan partikel membran. Membran berpori dibagi menjadi dua macam, yaitu membran simetrik dan membran asimetrik yang dijelaskan sebagai berikut:

1. Membran simetrik: membran yang memiliki struktur dan ukuran pori yang homogen dengan ketebalan 10-200  $\mu\text{m}$ .
2. Membran asimetrik: membran yang memiliki struktur dan ukuran pori heterogen antara atas dan bawahnya, biasanya bagian atas memiliki ukuran pori lebih kecil dibandingkan bagian bawah membran.

Pemilihan jenis pori membran dapat disesuaikan dengan aplikasi yang akan digunakan dengan menggunakan membran tersebut, sehingga untuk aplikasi pemisahan air dan minyak menggunakan membran asimetrik. Membran asimetrik



akan mengombinasikan selektivitas yang tinggi dari membran rapat dan laju permeasi yang tinggi (Mulder, 1996).

### 2.3.2 Klasifikasi Membran Berdasarkan Fungsi

Selanjutnya yaitu klasifikasi membran berdasarkan fungsi membran yang beraneka ragam. Adapun klasifikasi membran berdasarkan fungsi dapat dibedakan berdasarkan pada Gambar 2.2



Gambar 2.2. Skema Kisaran Aplikasi pada Proses Pemisahan Menggunakan Membran (Wenten, 2001)

Gambar 2.2. di atas dapat diketahui bahwa klasifikasi membran berdasarkan fungsinya untuk pemisahan air dan minyak yaitu pada membran mikrofiltrasi dan membran ultrafiltrasi. Klasifikasi membran yang akan digunakan dalam penelitian ini prinsip pemisahannya berdasarkan ukuran partikel, dimana jenis membran mikrofiltrasi dan ultrafiltrasi dapat memisahkan partikel dengan ukuran 0,1 – 10 mikron. Selanjutnya, dari kedua membran ini akan dipilih sesuai sifatnya hingga



mendapatkan kinerja yang lebih baik. Penjelasan dalam klasifikasi membran mikrofiltrasi dan ultrafiltrasi dapat disajikan dalam Tabel 2.3

Tabel 2.3 Prinsip Pemisahan Membran Mikrofiltrasi dan Membran Ultrafiltrasi

Unsur Pembeda	Membran Mikrofiltrasi	Membran Ultrafiltrasi	Pustaka
Struktur membran	Membran berpori asimetrik	Membran berpori asimetrik	Baker (2012)
Ketebalan membran	10 – 150 $\mu\text{m}$	$\approx 150 \mu\text{m}$	
Ukuran pori	0,05 – 10 $\mu\text{m}$	$\approx 1 - 100 \text{ nm}$	
Gaya dorong	Tekanan $< 2 \text{ bar}$	Tekanan 1 – 10 bar	
Prinsip pemisahan	<i>Sieving mechanism</i>	<i>Sieving mechanism</i>	
Material membran	Polimer, keramik	Polimer, keramik	
Aplikasi utama	Aplikasi analitik, sterilisasi, pemurnian air, membran bioreaktor, pengolahan limbah	Produksi susu, makanan, metalurgi, tekstile, farmasi, otomotif, pengolahan limbah	
Proses membran	Fase 1: cair Fase 2: cair Gaya dorong: $\Delta P$	Fase 1: cair Fase 2: cair Gaya dorong: $\Delta P$	Baker (2012)
Kisaran tekanan	0,1 – 2,0 bar	1,0 – 5,0 bar	


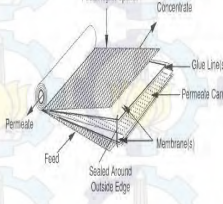
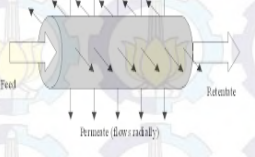
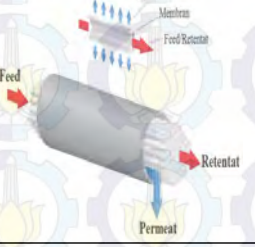
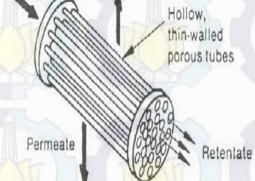
Tabel 2.3 menjelaskan tentang prinsip pemisahan pada membran mikrofiltrasi dan membran ultrafiltrasi, dapat dilihat bahwa kedua klasifikasi membran tersebut sama-sama dapat diaplikasikan dalam pengolahan limbah yang mengandung minyak. Akan tetapi, lapisan atas membran ultrafiltrasi lebih padat dibandingkan membran mikrofiltrasi, karena ukuran pori membran ultrafiltrasi lebih kecil dan porositas permukaan lebih rendah. Lapisan atas membran yang lebih padat akan mengakibatkan resistensi hidrodinamik membran ultrafiltrasi lebih tinggi dibandingkan membran mikrofiltrasi. Kondisi tersebut akan meminimalisir kecenderungan terjadinya penyumbatan dan menambah *life time* membran dalam analisis (Baker, 2012). Oleh karenanya, dalam penelitian ini akan digunakan membran ultrafiltrasi untuk hasil yang maksimal.



### 2.3.3 Klasifikasi Membran Berdasarkan Modul

Klasifikasi ketiga yaitu klasifikasi membran berdasarkan modul atau bentuk membran. Beberapa jenis modul membran dapat dilihat pada Tabel 2.4.

Tabel 2.4. Klasifikasi Membran Berdasarkan Modul

No	Klasifikasi Membran	Macam Modul Membran	Pustaka
1.	Membran datar (datar)  Bentuk melebar dan memiliki penampang lintang yang besar.	<p><i>Plate and frame</i></p> <p>a. <i>Packing density</i>: <math>100-400 \text{ m}^2/\text{m}^3</math></p> <p>b. Digunakan untuk elektrodialisis, pervaporasi, RO, dan ultrafiltrasi.</p> 	
		<p><i>Spiral wound</i></p> <p>a. <i>Packing density</i>: <math>300-1000 \text{ m}^2/\text{m}^3</math></p> <p>b. Digunakan untuk separasi, terutama mencegah bakteri tumbuh.</p> 	
2.	Membran tubular  Bentuknya sesuai dengan tempat pencetakan membran.	<p>Tubular</p> <p>a. Diameter: <math>&gt; 5 \text{ mm}</math></p> <p>b. <i>Packing density</i>: <math>&lt; 300 \text{ m}^2/\text{m}^3</math></p> <p>c. Digunakan untuk ultrafiltrasi, namun butuh biaya relatif tinggi.</p> 	Mulder (1996) dan Baker (2012)
		<p>Kapiler</p> <p>a. Diameter: <math>0,5-5 \text{ mm}</math></p> <p>b. <i>Packing density</i>: <math>600-1200 \text{ m}^2/\text{m}^3</math></p> <p>c. Digunakan untuk ultrafiltrasi dan mikrofiltrasi.</p> 	
		<p>Serat berongga</p> <p>a. Diameter: <math>&lt; 0,5 \text{ mm}</math></p> <p>b. <i>Packing density</i>: <math>&lt; 30.000 \text{ m}^2/\text{m}^3</math></p> <p>c. Digunakan untuk pemisahan gas dan ultrafiltrasi.</p> 	



Modul membran yang dijelaskan di atas dapat digunakan sesuai aplikasinya. Berikut akan ditampilkan studi literatur modul membran yang digunakan untuk pemisahan air dan minyak dalam Tabel 2.5

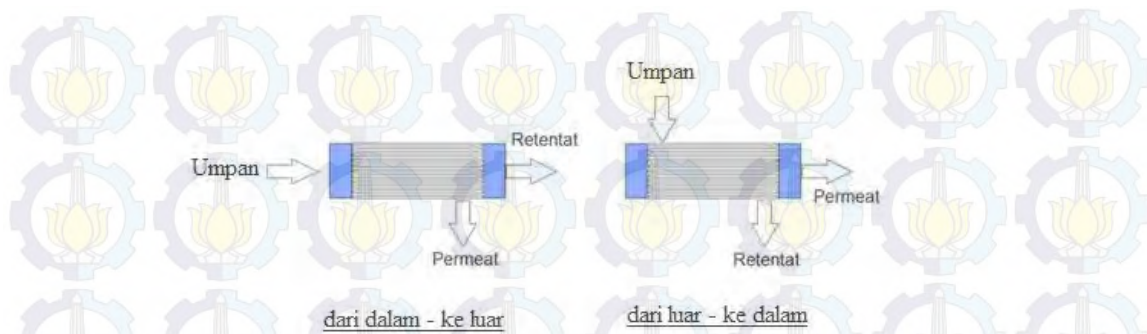
Tabel 2.5 Studi Literatur Modul Membran untuk Pemisahan Air dan Minyak

No	Pembeda	Modul		Pustaka
		Datar	Serat berongga	
1.	Kecenderungan penyumbatan	86%	65%	Hai, Yamamoto, dan Fukushi (2005)
2.	Fluks saat operasional	1,3 L/m <sup>2</sup> .jam	0,288 L/m <sup>2</sup> .jam	
3.	Rejeksi	98 – 99%	97,7 – 99%	

Tabel 2.5 di atas dapat dilihat bahwa nilai fluks pada kondisi stabil dan kondisi operasional, membran datar memiliki nilai yang lebih besar dibandingkan membran serat berongga. Lebih besarnya nilai fluks ini juga diakibatkan karena ukuran pori membran datar yang lebih besar dibandingkan membran serat berongga walaupun konsumsi energi sama. Akan tetapi, besarnya nilai fluks ini mengakibatkan kecenderungan terjadinya penyumbatan yang lebih besar dan dengan mekanisme terjadinya penyumbatan yang berbeda. Adapun nilai koefisien rejeksi yang dihasilkan saat operasional hampir sama, sehingga penelitian ini akan menggunakan membran serat berongga untuk aplikasi pemisahan air dan minyak.

Membran serat berongga juga memiliki keunggulan dengan besarnya nilai *packing density* yang mampu mencapai 3000 m<sup>2</sup>/m<sup>3</sup>. *Packing density* adalah luas permukaan membran per volume modul (m<sup>2</sup>/m<sup>3</sup>). Dengan *packing density* yang sangat tinggi, maka *feed* yang dilewatkan ke dalam membran akan semakin banyak pula dan mampu meningkatkan laju alir *feed* melalui membran sehingga kecenderungan terjadinya penyumbatan sangat tinggi. Akan tetapi dari teori yang sudah ada, kecenderungan terjadinya penyumbatan dapat diminimalisasi dan pembersihan juga dapat tidak dilakukan jika menggunakan sistem *inside-out* yang skemanya dapat dilihat di bawah ini





Gambar 2.3 Metode Dalam ke Luar dan Metode Luar ke Dalam pada Modul Serat Berongga (Mulder,1996)

Gambar 2.3 menjelaskan bahwa aplikasi metode dalam ke luar pada modul serat berongga akan mampu menghindari peningkatan tekanan permeat pada membran karena tidak ada perbedaan gaya gravitasi. Tidak adanya peningkatan tekanan pada permeat akan menyebabkan lapisan tipis atas membran yang selektif mendapat perlindungan yang lebih baik, sehingga kecenderungan penyumbatan akan dapat dikurangi dan pembersihan tidak dilakukan karena konsentrasi polarisasi relatif stabil. Berkurangnya kecenderungan penyumbatan menunjukkan bahwa modul serat berongga baik jika diaplikasikan pada proses pemisahan gas, pervaporasi, dan penyulingan air laut (Baker, 2012). Oleh karenanya, dalam penelitian ini akan menggunakan modul membran serat berongga.

#### 2.3.4 Klasifikasi Membran Berdasarkan Material Asal

Klasifikasi membran yang terakhir yaitu berdasarkan material asal ditampilkan dalam Tabel 2.6

Tabel 2.6 Klasifikasi Membran Berdasarkan Material Asal

No	Klasifikasi Membran	Keterangan	Contoh	Pustaka
1.	Membran anorganik	Terbuat dari material anorganik	Keramik, gelas, dan logam.	Mulder (1996)
2.	Membran polimer	Terbuat dari polimer	Selulosa aasetat, Polivinilidin florida, dan polisulfon.	
3.	Membran biologis	Berasal dari makhluk hidup	Lipida	



Tabel 2.6 menjelaskan klasifikasi membran berdasarkan material asal yang dibagi dari membran anorganik, membran polimer, dan membran biologis. Selanjutnya dilakukan studi literatur untuk mengetahui dari referensi penelitian terdahulu yang pernah dilakukan pada beberapa material membran dengan hasil kinerja paling baik pada aplikasi pemisahan air dan minyak. Berikut studi literatur material membran pada Tabel 2.7

Tabel 2.7 Studi Literatur Polimer yang Digunakan Bahan Baku Membran untuk Pemisahan Air dan Minyak

No	Material Asal	Konsentrasi Minyak (ppm)	Fluks ( $L.m^{-2}.h^{-1}$ )	Rejeksi (%)	Pustaka
1.	PVDF	180	118	98,20	Madaeni dan Yeganeh (2003)
2.	Zeolit	250 – 3000	244	93,80	Abbasi, dkk. (2010)
3.	Polietersulfon	900	82,98	93,33	Chen, dkk. (2009)
4.	Polisulfon	100	72,9	96,60	Chakrabarty, dkk. (2010)

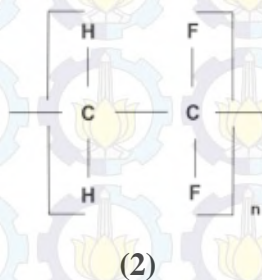
Tabel 2.7 di atas menampilkan hasil kinerja studi literatur klasifikasi membran berdasarkan material asal. Berdasarkan nilai fluks yang dihasilkan, dapat dilihat bahwa paling tinggi menggunakan material PVDF, walaupun nilai fluks masih kalah dibandingkan zeolit. Akan tetapi, pemilihan material ini juga berdasarkan aplikasi membran. Dalam penelitian ini, aplikasinya untuk pemisahan air dan minyak pada limbah cair hasil pencucian kendaraan bermotor yang memiliki konsentrasi minyak antara 86 – 159 ppm, sehingga material PVDF sangat cocok digunakan karena hasil rejeksi terbesar tersebut diperoleh dari larutan umpan dengan konsentrasi di atas sampel limbah cair tersebut.

#### 2.4 Membran PVDF (Poli vinilidin Florida)

PVDF telah digunakan pada banyak aplikasi yang menggunakan bahan kimia kuat (*harsh chemical*) sejak tahun 1964 karena sifat kimia polimer PVDF yang inert (sangat stabil), sehingga sulit terjadi reaksi kimia. Kesulitan terjadinya reaksi kimia menggunakan polimer PVDF inilah yang mampu menambah *life time*



membran dengan material asal PVDF ini lebih lama dibandingkan beberapa material polimer lainnya. PVDF dapat digunakan untuk aplikasi yang membutuhkan kemurnian, kekuatan, daya tahan terhadap pelarut, asam, dan panas (Lovinger, 1981). Struktur molekul PVDF (2) tidak simetris dengan rumus  $\text{CH}_2 - \text{CF}_2$ . Sifat umum dan keunggulan PVDF ditunjukkan pada Tabel 2.8 dan Tabel 2.9



Tabel 2.8 Sifat Umum PVDF

Sifat	Nilai	Pustaka
Wujud	Padatan putih	Lovinger (1981)
Kelarutan	Tidak larut dalam air	
<i>Elongation</i>	12 – 600%	
Kekuatan tarik	21,0 – 57,0 MPa	
Modulus elastisitas	1380 – 55.200 MPa	
Temperatur transisi gelas (Tg)	-60 – -20°C	
Temperatur leleh (TM)	141 – 178°C	

Tabel 2.9 Sifat PVDF yang Mendukung PVDF Sebagai Material Membran

No	Sifat	Keterangan	Pustaka
1.	Sifat kristalin	PVDF memiliki sifat semikristalin. Kristalinitas tersebut mampu mengendalikan variabel berat molekul, distribusi berat molekul, metode polimerisasi, suhu, dan tingkat pendinginan.	Kirk dan Othmer (2000); Roussel, dkk. (1992)
2.	Kestabilan termal	Kestabilan berasal dari atom Flor yang memiliki elektronegativitas tinggi dan ikatan C-F memiliki energi disosiasi yang tinggi.	Madorsky (1964)
3.	Ketahanan terhadap bahan kimia	Secara umum, PVDF memiliki ketahanan yang stabil terhadap banyak bahan kimia.	Nguyen (1985)
4.	Rentang pH yang luas	PVDF dapat digunakan pada rentang pH yang luas sehingga tidak membutuhkan pH tertentu dalam penggunaannya.	O'Mahony, dkk. (2002)



Tabel 2.9 menjelaskan sifat PVDF yang cukup unggul sebagai polimer mulai dari sifat kristalinitasnya, kestabilan termal yang dimiliki, resistensi terhadap bahan kimia, dan dapat digunakan pada rentang pH yang cukup luas. Keunggulan PVDF tersebut akan sangat menguntungkan pada aplikasi yang membutuhkan material membran dengan sifat tidak reaktif. Aplikasi membran PVDF dapat digunakan sebagai material membran polimer untuk pengolahan air (Chae, dkk., 2007), untuk pemisahan etanol dan air (Sukitpaneelit dan Chung, 2012), untuk melindungi kertas reliq dari kerusakan lingkungan (Li, dkk., 2013), dan lainnya.

#### 2.4.1 Teknik Pembuatan Membran PVDF

Berikut studi literatur teknik pembuatan membran dalam aplikasi pemisahan air dan minyak yang ditampilkan dalam Tabel 2.10

Tabel 2.10 Teknik Pembuatan Membran PVDF

Teknik Pembuatan	Kelebihan	Kekurangan	Pustaka
Inversi Fasa Metode Fabrikasi <b><u>Presipitasi imersi</u></b> Prinsip: Larutan cetak dicetak dan dimasukkan dalam bak koagulasi.	a. Distribusi ukuran partikel baik. b. Termodinamik stabil. c. Porositas tinggi. d. Aditif meningkatkan sifat mekanik.	a. Jika ditambahkan aditif, kestabilan nanopartikel aditif harus ditingkatkan. b. Kecenderungan penyumbatan masih cukup besar.	Teow, dkk. (2012)
Inversi Fasa Metode Fabrikasi <b><u>Thermally Induced Phase Separation (TIPS)</u></b> Prinsip: Larutan cetak di-casting pada temperatur tinggi lalu didinginkan.	a. Struktur krital bulat yang khas. b. Porositas tinggi. c. Distribusi ukuran pori baik, homogen, dan lebih kecil. d. Penyumbatan berkurang jika aditif banyak.	a. Penambahan aditif mengubah struktur. b. Pemilihan pelarut yang relatif sulit. c. Dalam sintesis membutuhkan suhu tinggi. d. Biaya sintesis relatif tinggi.	Li, dkk. (2011)
<b><u>Sintering</u></b> Prinsip: Tekanan dan termal pada suhu tinggi hingga timbul pori.	a. Stabilitas tinggi. b. Anorganik dan organik bisa. b. Proses mudah. c. Biaya yang murah.	a. Untuk pembuatan membran MF. b. Suhu tinggi. c. Porositas rendah. d. Kelarutan rendah.	Georlette dan Leva (1984)



<b>Teknik Pembuatan Membran PVDF</b>	<b>Kelebihan</b>	<b>Kekurangan</b>	<b>Pustaka</b>
<b><u>Stretching</u></b>  Prinsip: Penarikan polimer semikristalin searah dengan arah ekstruksi hingga bagian polimer sejajar dengan arah ekstruksinya dan terbentuklah pori membran.	a. Porositas membran yang dihasilkan relatif tinggi. b. Kekuatan mekanik relatif tinggi.	a. Perlu material semikristalin kristalinitas tinggi. b. Kekuatan mekanik rendah. c. Teknik harus dikombinasi. d. Harus menentukan arah ekstruksi.	Li, dkk. (2011)
<b><u>Track-etching</u></b>  Prinsip: Penembakan film polimer dengan partikel radiasi berenergi tinggi pada arah tegak lurus hingga membentuk lintasan. Kemudian film dimasukkan dalam bak asam atau basa.	a. Membran berpori simetri. b. Penembakan elektron dapat diatur. c. Membran yang dihasilkan dapat dimodifikasi.	a. Biaya relatif mahal karena menggunakan partikel radiasi konsentrasi tinggi. b. Waktu pembuatan relatif lama. c. Sifat porositas yang dimiliki relatif rendah.	Grasselli dan Betz (2005)
<b><u>Template leaching</u></b>  Prinsip kerja: Pelepasan salah satu komponen film dari sebuah komponen sistem sehingga dihasilkan membran berpori.	a. Bekerja spesifik dalam pemisahan senyawa pada material padatan berpori. b. Diameter pori membran relatif kecil.	a. Membran yang dihasilkan banyak variasinya. b. Membutuhkan biaya relatif besar.	Chang, dkk. (2010)

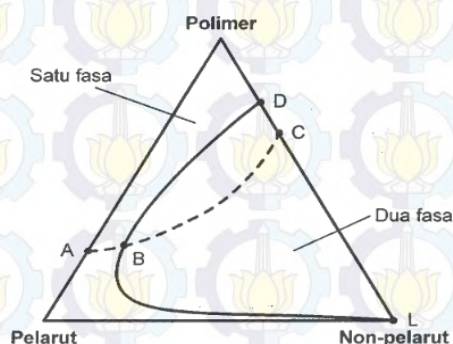
Enam teknik pembuatan membran PVDF yang dijelaskan pada Tabel 2.10, dapat dilihat dari kelebihan dan kelemahan yang dimiliki, bahwa teknik pembuatan membran PVDF inversi fasa dengan metode presipitasi immersi memiliki keunggulan dibandingkan teknik lainnya. Keunggulan inversi fasa ini sesuai dengan hasil Lalia, dkk (2013) yang menyebutkan bahwa teknik pembuatan inversi fasa banyak digunakan dalam pembuatan membran PVDF dibandingkan teknik pembuatan lainnya, karena mampu mengontrol ukuran pori membran dan kinerja yang dihasilkan relatif baik. Salah satu teknik pembuatan inversi fasa yang



sering digunakan yaitu presipitasi imersi. Hasil kinerja membran yang didapatkan terlihat lebih unggul dalam hal biaya yang relatif murah, mudah dimodifikasi dengan aditif lain, dan tidak memerlukan suhu tinggi dalam pembuatan membran. Dengan demikian, dalam penelitian ini menggunakan teknik pembuatan membran PVDF inversi fasa dengan metode presipitasi rendap endap atau presipitasi imersi.

#### 2.4.2 Metode Presipitasi Imersi/Rendap Endap

Menurut Mulder (1996), pembuatan membran dengan teknik inversi fasa mentransformasikan polimer membran dari fasa cair menjadi fasa padat. Proses pemadatan dimulai dengan transisi dari fasa satu cairan menjadi fasa dua cairan (*liquid-liquid demixing*). Kemudian pada tahap tertentu, salah satu fasa cair (fasa cair kaya polimer) akan memadat hingga terbentuk matriks padatan. Salah satu teknik inversi fasa yang sering dilakukan yaitu presipitasi imersi. Metode presipitasi imersi dapat dilakukan dengan menyiapkan larutan polimer (polimer dan pelarut) yang dibentuk pada pendukung yang cocok dan diimmersi dalam bak koagulasi yang mengandung nonpelarut. Pada bak koagulasi, pelarut akan berdifusi dalam bak koagulasi sedangkan nonpelarut akan berdifusi pada lapisan polimer. Setelah proses difusi berlangsung lama, maka larutan polimer menjadi stabil dan terjadi *demixing*. Struktur membran asimetrik didapatkan dari kombinasi proses transfer massa dan proses pemisahan fasa, mekanismenya ditunjukkan pada diagram segitiga sistem terner pada Gambar 2.4



Gambar 2.4 Diagram Segitiga Sistem Terner (Wenten, 2001)

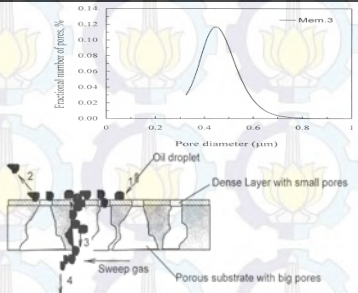


Gambar 2.4 menunjukkan hubungan antara polimer, pelarut, dan nonpelarut. Pada diagram segitiga sistem terner tersebut dibagi menjadi dua daerah, yaitu daerah satu fasa dan dua fasa. Pada daerah satu fasa, larutannya homogen. Kurva yang terbentuk dari titik D dan L merupakan kurva binodal yang merupakan tempat dimulainya proses pemisahan cairan (*liquid-liquid demixing*), titik A menunjukkan komposisi larutan cetak, dan titik B menunjukkan difusi pelarut dalam nonpelarut sehingga terjadi pembentukan dua fasa. Proses difusi pelarut dalam nonpelarut terus berlanjut dan berhenti pada titik C, inilah yang merupakan tahap akhir presipitasi yang diperoleh campuran dua fasa. Fasa pertama yaitu titik C (fasa padatan kaya polimer) yang membentuk matriks membran dan fasa kedua yaitu titik L (fasa cair yang tidak mengandung polimer). Pori yang terbentuk terisi nonpelarut ditunjukkan pada titik L (Wenten, 2001).

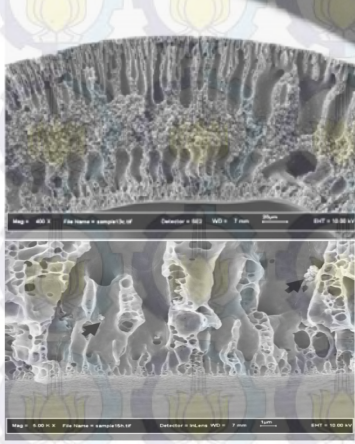
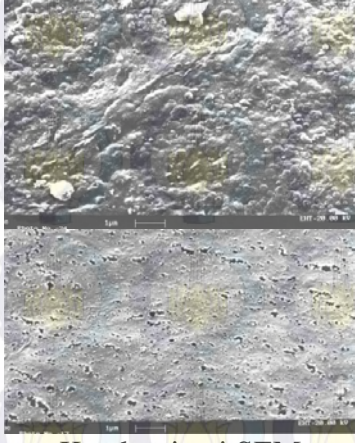
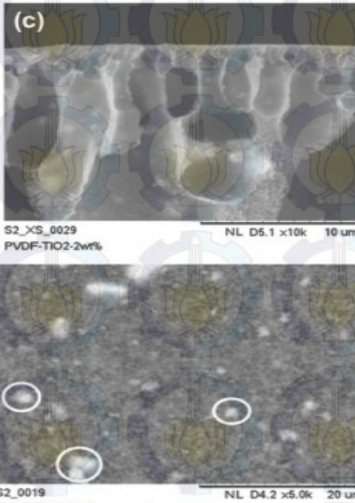
## 2.5 Aplikasi Membran PVDF untuk Pemisahan Air dan Minyak

Aplikasi yang digunakan dengan membran PVDF relatif banyak. Kang dan Cao (2014) menyebutkan beberapa aplikasi membran PVDF, antara lain: membran filtrasi untuk pengolahan air, membran distilasi, penghilangan polutan dalam air, pemulihan *biofuels*, pendukung preparasi membran komposit, pemisahan ion Litium pada baterai, dan lainnya. Aplikasi membran PVDF dalam penelitian ini akan terfokus pada penghilangan polutan dalam air, yaitu minyak. Berikut studi literatur penelitian terdahulu tentang pemisahan minyak-air menggunakan membran PVDF yang ditampilkan pada Tabel 2.11

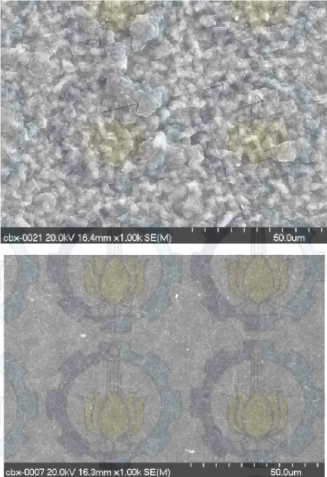
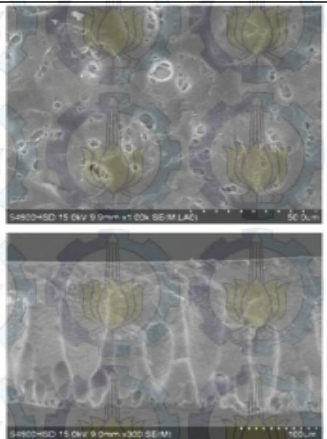
Tabel 2.11 Studi Literatur Membran PVDF untuk Pemisahan Air dan Minyak

No	Aditif	Perlakuan	Hasil Karakterisasi	Pustaka
1.	-	PVDF dilarutkan dalam pelarut DMF/DMAc dan disimpan dalam oven. Sedangkan nonpelarutnya yaitu PEG.	 <p>Karakterisasi distribusi pori dan skema membran.</p>	Kong dan Li (1999)



No	Aditif	Perlakuan	Hasil Karakterisasi	Pustaka
2.	TiO <sub>2</sub>  Fungsi: meningkatkan sifat antipenyumbatan pada membran	Metode spinning dilakukan dalam 2 bak: PVDF dan PVDF- TiO <sub>2</sub> kemudian ditambah LiCl.H <sub>2</sub> O. dengan metode inversi fasa.	 Karakterisasi PTL-10 sampel kinerja optimum	Yuliwati dan Ismail (2011)
3.	SiO <sub>2</sub>  Fungsi: meningkatkan viskositas larutan <i>casting</i> untuk memperkuat sifat mekanik.	PVDF dilarutkan pada kemudian didispersikan dengan larutan yang mengandung partikel SiO <sub>2</sub> . Kemudian disimpan dalam suhu 20°C sebelum digunakan aplikasi.	 Karakterisasi SEM perbandingan PVDF 15 g dan SiO <sub>2</sub> 3 g.	Bottino, dkk. (2001)
4.	PVP dan TiO <sub>2</sub>  Fungsi PVP: meningkatkan porositas dan fluks  Fungsi TiO <sub>2</sub> : meningkatkan sifat antipenyumbatan	PVDF dilarutkan pada DMAc dan dikeringkan dalam oven. Lalu menambahkan PVP dan TiO <sub>2</sub> dengan konsentrasi beda. Larutan dope diultrasonikasi untuk menghilangkan gelembung.	 Karakterisasi konsentrasi TiO <sub>2</sub> 2 wt %.	Ong, dkk. (2013)



No	Aditif	Perlakuan	Hasil Karakterisasi	Pustaka
5.	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>  Fungsi: meningkatkan kemampuan membran dalam menahan lebih banyak kontaminan organik	PVDF dilarutkan dalam DMAc pada suhu kamar. Nanopartikel alumina dan aditif lainnya ditambahkan dalam larutan tersebut kemudian diaduk selama 24 jam.	 Karakterisasi PVDF-0	Yan, dkk. (2009)
6.	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> /TiO <sub>2</sub>  Fungsi TiO <sub>2</sub> : meningkatkan sifat antipenyumbatan  Fungsi Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : meningkatkan kemampuan menahan kontaminan organik	Membran dibuat dengan metode inversi fasa. Setelah PVDF dilarutkan, ditambahkan Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> dan TiO <sub>2</sub> sehingga menjadi larutan dope. Larutan dope diaduk selama waktu yang divariasi untuk menghilangkan gelembung.	 Karakterisasi waktu pengadukan 30 menit	Yi, dkk. (2013)

Tabel 2.11 menunjukkan beberapa penelitian terdahulu yang menggunakan membran PVDF dalam aplikasi pemisahan minyak. Keenam penelitian terdahulu tersebut dapat diketahui bahwa sebagian besar referensi penelitian terdahulu menggunakan bahan aditif dalam mengaplikasikan membran PVDF dalam pemisahan air dan minyak. Berdasarkan referensi penelitian terdahulu tersebut menunjukkan bahwa untuk memperoleh kinerja yang lebih baik, maka membran PVDF harus dimodifikasi dengan penambahan bahan aditif untuk meningkatkan sifat antipenyumbatan, sifat mekanik, dan memperpanjang *life time* membran hingga dapat digunakan dalam waktu yang lama. Penambahan



aditif  $\text{TiO}_2$  banyak digunakan untuk meningkatkan sifat antipenyumbatan pada membran, sehingga dalam penelitian ini akan menggunakan  $\text{TiO}_2$  sebagai aditif untuk mendapatkan kinerja membran yang lebih baik.

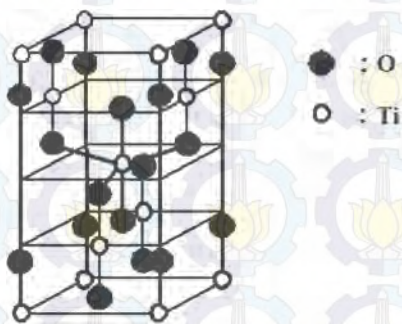
## 2.6 Titanium Dioksida ( $\text{TiO}_2$ )

Titanium (IV) dioksida merupakan oksida logam titanium yang berwarna putih yang sifatnya tidak berbau, tidak beracun, aman untuk lingkungan, tidak mahal, stabil terhadap fotokorosi, dan inert.  $\text{TiO}_2$  memiliki sifat kelarutan yang cukup baik dalam  $\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{HCl}$ ,  $\text{HNO}_3$  serta larut dalam campuran alkali hidrogen sulfat, alkali hidroksida dan alkali karbonat (O'neil, 2001). Berikut sifat fisik dan kimia  $\text{TiO}_2$  yang disajikan dalam Tabel 2.12

Tabel 2.12 Sifat  $\text{TiO}_2$

Sifat	Keterangan	Pustaka
Bentuk fisik	Bubuk padatan	MSDS Sciencelab (2001)
Berat molekul	79,90 g/mol	
Warna	Putih	
Titik didih	2750°C (4982°F)	
Titik leleh	1855°C (3371°F)	
Stabilitas	Produk stabil	
Korosivitas	Tidak korosif	

Struktur kristal  $\text{TiO}_2$  yang banyak ditemukan di alam dalam bentuk anatase, rutil, dan brokit. Dari ketiga struktur kristal tersebut, bentuk anatase memiliki aktivitas fotokatalitik yang paling besar. Hal ini dikarenakan pada struktur anatase memiliki struktur rantai oktahedron yang terbentuk dari tiap satu ion  $\text{Ti}^{2+}$  dikelilingi 6 ion  $\text{O}^{2-}$  yang dapat ditunjukkan pada Gambar 2.5



Gambar 2.5 Struktur Kristal  $\text{TiO}_2$  Anatase (Sumber: O'neil., 2001)



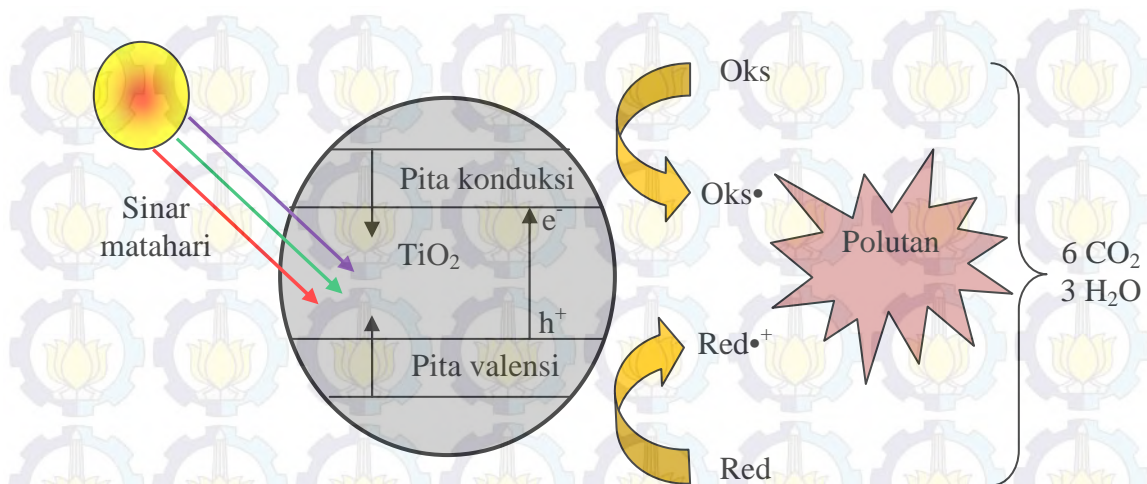
Gambar 2.5 menunjukkan struktur kristal anatas TiO<sub>2</sub> yang memiliki jarak antaratom Ti-Ti sebesar 3,79 Å dan jarak antara Ti-O sebesar 1,934 Å. Jarak yang cukup dekat tersebut membuat densitas massa dan pita elektron menjadi rapat, sehingga mempengaruhi interaksi pada tingkat elektron. Adapun tingkat energi hasil hibridisasi struktur anatas ini berasal dari kulit 3d atom Ti (pita konduksi) dan dari kulit 2p atom O (pita valensi) menghasilkan energi celah sebesar 3,2 eV. Energi celah pada pita semikonduktor menunjukkan energi cahaya minimum yang dapat digunakan untuk menghasilkan elektron pada pita konduksi. Proses fotokatalik tersebut dapat dijelaskan sebagai berikut



Banyak penelitian menunjukkan bahwa TiO<sub>2</sub> dapat diaplikasikan sebagai fotokatalis karena memiliki beberapa keunggulan dibandingkan bahan semikonduktor lainnya. Menurut Seymour dan Cheng (1986); Yuliwati dan Ismail (2011), beberapa keunggulan TiO<sub>2</sub> antara lain: (1) Mempunyai *band gap* yang sesuai untuk digunakan pada proses fotokatalis, sehingga memudahkan terjadinya eksitasi elektron; (2) Aktivitas fotokatalis relatif lebih tinggi; (3) Mampu menyerap sinar UV dengan baik; (4) Memiliki kestabilan kimia dalam interval pH cukup besar, yaitu 0-14; (5) Ketahanan yang baik terhadap fotodegradasi; (6) Bersifat inert dan tidak larut dalam reaksi baik secara biologis dan kimia; (7) Tidak beracun; (8) Meningkatkan sifat antipenyumbatan pada membran.

Berdasarkan penjelasan di atas, dapat diketahui bahwa proses yang terjadi dalam membran PVDF-TiO<sub>2</sub> adalah proses fotokatalitik. Proses fotokatalitik terjadi jika semikonduktor menyerap cahaya yang berenergi sama atau lebih besar dari energi celah yang dimiliki. Hal ini akan mengakibatkan elektron (e<sup>-</sup>) pada pita valensi (pv) akan tereksitasi ke pita konduksi (pk) dan meninggalkan *hole* positif (h<sup>+</sup>) pada pita valensi (Fujishima, dkk., 2002). Mekanisme proses fotokatalitik yang terjadi pada TiO<sub>2</sub> dapat dijelaskan dari Gambar 2.6.





Gambar 2.6. Mekanisme Proses Fotokatalitik  $\text{TiO}_2$  (Xiaobo, 2009)

Mekanisme proses fotokatalitik  $\text{TiO}_2$  dapat dijelaskan sebagai berikut:

1. Semikonduktor dikenai cahaya dengan energi foton ( $h\nu$ ) yang sama atau lebih besar dari energi celah sehingga elektron dari pita valensi akan tereksitasi ke pita konduksi dan mengakibatkan lubang pada pita valensi.
2. Lubang pada pita valensi dan elektron pada pita konduksi akan berekombinasi dengan membebaskan energi panas.
3. Lubang pada pita valensi akan bereaksi dengan donor elektron (oksidasi) dan elektron pada pita konduksi akan bereaksi dengan akseptor elektron (oksidasi).
4. Reaksi fotokatalitik menghasilkan radikal untuk mendegradasi senyawa organik, sel bakteri, logam, dan lainnya.

Senyawa radikal yang dihasilkan dari proses fotokatalitik tersebut yang akan dapat digunakan fotokatalis  $\text{TiO}_2$  untuk mendegradasi polutan organik atau lainnya.

Penelitian Teow, dkk. (2012) tentang pembuatan membran PVDF- $\text{TiO}_2$  memiliki kinerja fluks  $43,21 \text{ L.m}^{-2}.\text{jam}^{-1}$  dan nilai koefisien rejeksi 98,28%. Akan tetapi jika dibandingkan dengan membran PVDF, membran PVDF- $\text{TiO}_2$  ini memiliki keunggulan pada sifat mekanik, waktu pemakaian meningkat 4 kali lipat, dan porositas membran walaupun masih memiliki kelemahan pada terlalu kecilnya nilai fluks yang dihasilkan. Kelemahan penelitian ini selanjutnya diperbaiki oleh penelitian yang dilakukan oleh Ong, dkk. (2013) yang menggunakan PVDF-PVP/ $\text{TiO}_2$  untuk pemisahan air dan minyak yang



menghasilkan nilai fluks  $70,48 \text{ L.m}^{-2}.\text{jam}^{-1}$  dan nilai koefisien rejeksi sebesar 99,7%. Penelitian ini menunjukkan peningkatan nilai koefisien rejeksi yang cukup baik, akan tetapi menurunkan nilai fluks, sehingga diperlukan aditif lain untuk meningkatkan nilai fluks membran tanpa mengurangi nilai koefisien rejeksi.

Menurut Mulder (1996), fluks atau permeabilitas merupakan jumlah volume permeat yang melewati membran per satuan luas permukaan per satuan waktu, sehingga untuk meningkatkan nilai fluks maka pori membran harus diperbesar. Jika ukuran pori yang semakin besar, maka jumlah volume permeat yang melewati membran semakin besar pula. Tabel 2.13 adalah hasil studi literatur material dan aditif yang dapat digunakan untuk meningkatkan fluks membran

Tabel 2.13 Studi Literatur Aditif untuk Meningkatkan Nilai Fluks Membran PVDF-TiO<sub>2</sub>

No	Material dan Aditif	Uji Tarik (MPa)	Fluks (L/m <sup>2</sup> .jam)	Rejeksi (%)	Pustaka
1.	Material: Polisulfon Aditif: PTS ( <i>Phosphorylated TiO<sub>2</sub>/SiO<sub>2</sub></i> )	4,892	116	92	Zhang, dkk. (2013)
2.	Material: Polieteramida (PEI) Aditif: Polibenzimidazol (PBI) dan Poli etilen glikol (PEG)	5,95	98	99,0	Xu, dkk. (1999)
3.	Material: PVDF Aditif: PSNTs ( <i>Phosphorilated Silica Nanotubes</i> )	2,76	251	95,51	Zhang, dkk. (2013)
4.	Material: Keramik/PVDF Aditif: Poliamida dan poli vinil alkohol (PVA)	-	190	98,5	Shu, dkk. (2006)

Tabel 2.13 di atas menunjukkan bahwa material dan aditif yang memiliki nilai fluks dan nilai koefisien rejeksi relatif sama-sama besar yaitu menggunakan material polieteramida dan aditif yang digunakan yaitu polibenzimidazol dan poli etilen glikol. Kedua aditif yang digunakan tersebut merupakan bahan membran yang baik, karena kedua aditif akan membentuk campuran yang larut dalam



bentuk bubuk, serat padat, film, dan membran serat berongga. Selain itu, PBI dan PEG memiliki sifat hidrofilik, yaitu polimer yang larut dalam air. Adapun fungsi PBI yaitu untuk meningkatkan viskositas larutan *cetak* dan mengubah struktur seperti *finger* menjadi struktur *sponge* membran. Sedangkan fungsi dari PEG adalah untuk memperbesar pori membran. Kedua aditif tersebut mampu memberikan kinerja membran dengan sangat baik (Xu, dkk., 1999).

Berdasarkan penjelasan di atas, dapat dilihat bahwa untuk meningkatkan nilai fluks membran, maka diperlukan aditif yang cocok. Salah satu aditif yang cocok digunakan untuk meningkatkan nilai fluks yaitu PEG. Penambahan PEG sebagai aditif pada membran dilakukan dengan tujuan untuk memperbesar pori membran dan tetap menjaga ketahanan atau resistensi membran terhadap faktor eksternal. Adapun mekanisme yang terjadi yaitu aditif PEG akan mengisi matriks membran yang terbentuk. Kemudian terjadi proses difusi antara pelarut dengan nonpelarut, aditif dan pelarut akan larut dalam rongga nonpelarut sehingga meninggalkan pori pada membran dan akan mengakibatkan nilai fluks yang dihasilkan lebih tinggi (Chou, dkk., 2007).

## 2.7 Poli Etilen Glikol (PEG)

PEG, yang disebut juga makrogol, merupakan salah jenis polimer sintetik dari oksietilen yang mempunyai sifat stabil, mudah larut dalam air hangat, tidak beracun, nonkorosif, tidak berbau, tidak berwarna, memiliki titik lebur yang relatif tinggi, dan higroskopik. Kegunaan PEG dalam kehidupan sehari-hari seperti pada campuran cat, tinta, kosmetik, perlengkapan mandi, industri kertas, kulit, karet, dan lainnya (Rowe, dkk 2009). PEG merupakan salah satu polimer sintetik dari oksietilen. Struktur PEG (3) dengan n merupakan jumlah rata-rata gugus oksietilen.



(3)



Pada umumnya, PEG memiliki berat molekul antara 200-300.000 dengan penamaan ditentukan pada berat molekul yang dimiliki senyawa tersebut. Selain penamaan, berat molekul juga mempengaruhi kepadatan, sifat fisik, dan sifat kimia dari PEG sendiri. PEG yang memiliki berat molekul di bawah 1000 bentuknya berupa cairan bening tidak berwarna, sedangkan yang memiliki berat molekul di atas 1000 berupa padatan seperti lilin putih. Kepadatan dan kekerasan bentuk dari PEG akan semakin bertambah dengan makin bertambahnya berat molekul (Attwodd dan Florence, 2008).

Penggunaan PEG sebagai aditif pada preparasi membran banyak digunakan, hasil studi literaturnya dapat dilihat pada Tabel 2.14

Tabel 2.14 Studi Literatur Penggunaan Aditif PEG (\*Ket: F = Fluks ( $L/m^2.jam$ ) dan R = Rejeksi (%))

No	PEG	Cara Kerja	Kinerja	Pustaka
1.	PEG600 (2% berat)	Larutan <i>casting</i> dari campuran material membran dan aditif dilarutkan dalam N,N-dimetil asetamida (DMAc). Lalu dicetak dan dimasukkan bak koagulasi.	F: 320 R: 89,5	Song, dkk (2012)
2.	PEG400 (10% berat)	Material membran dan aditif dilarutkan dalam 1-metil-2-pirolidin (NMP) dengan pengadukan kontinyu. Lalu dimasukkan bak ultrasonik 2 jam dan membentuk larutan <i>casting</i> yang siap dicetak.	F: 144,5 R: 97,7	Saljoughi, dkk. (2010)
3.	PEG400 (10% berat)	Awal preparasi dengan membuat larutan <i>casting</i> material membran dan aditif di atas pelat kaca. Larutan <i>casting</i> tersebut kemudian dicetak dengan <i>casting knife</i> dengan <i>gap</i> 150 $\mu m$ . Kemudian membran dimasukkan dalam bak koagulasi.	F: 210 R: 89,5	Yunos, dkk. (2014)
4.	PEG1500 (10% berat)		F: 240 R: 86,5	
5.	PEG6000 (10% berat)		F: 280 R: 80,5	

Tabel 2.14 menjelaskan beberapa jenis PEG yang digunakan dalam penelitian. Adapun dari hasil tersebut dapat dilihat bahwa penggunaan PEG mampu meningkatkan nilai fluks, tetapi seiring peningkatan nilai fluks semakin besar



maka sifat anti penyumbatan akan semakin tinggi dan menyebabkan nilai koefisien rejeksi akan semakin menurun. Penelitian ini akan menggunakan PEG400 yang mampu memberikan nilai rejeksi hingga 97,7% dengan kandungan PEG400 sebesar 10% berat. Diharapkan penambahan PEG400 akan mampu meningkatkan nilai fluks membran, meningkatkan sifat anti penyumbatan membran, dan tetap menjaga besarnya nilai koefisien rejeksi membran. Berikut sifat fisika dan kimia dari PEG400 pada Tabel 2.15

Tabel 2.15 Sifat Fisika dan Kimia PEG400

Sifat	Keterangan	Pustaka
Bentuk	Larutan kental	Sciencelab (2001)
Bau	Tidak berbau	
Berat molekul	400 (380 – 420) g/mol	
Warna	Tidak berwarna	
<i>Melting point</i>	4°C (39,2°F)	
<i>Spesific gravity</i>	1,1254 (Air = 1)	
Kelarutan	Larut dalam air dingin	

## 2.8 Karakterisasi Membran Serat Berongga PVDF/PEG400-TiO<sub>2</sub>

Karakterisasi dan uji efektivitas kinerja membran dilakukan dengan tujuan untuk mengetahui sifat fisik dan hasil kinerja membran dalam melakukan fungsinya secara optimal sesuai yang diinginkan. Karakterisasi yang dilakukan meliputi uji sudut kontak (*Contact Angle Goniometer*), sifat mekanik (uji tarik), XRD (*X-Ray Diffraction*), FT-IR, DSC/TGA, uji porositas membran, uji morfologi membran (SEM-EDX), fluks dan rejeksi.

### 2.8.1 Uji Sudut Kontak

Suatu cairan atau gas jika dipaparkan pada benda padat, maka akan terjadi kontak antara satu dengan lainnya. Adapun ukuran untuk menentukan seberapa besar daya kontak antara cairan dengan benda padat tersebut digambarkan melalui sudut kontak (*contact angle*). Sudut kontak menggambarkan interaksi antara cairan dengan permukaan benda padat yang dapat diketahui melalui bentuk fluida yang berada di permukaan benda padat. Alat yang digunakan untuk menentukan



sudut kontak ini salah satunya adalah *Contact Angle Goniometer*. Adapun skema dari sudut kontak tersebut dapat dilihat pada Gambar 2.7.



Gambar 2.7 Skema Representatif Gambar Digital Sudut Kontak Cairan pada Permukaan (Sumber: Water Research Foundation, 2012)

Besaran sudut kontak ( $\theta$ ) digunakan untuk mengetahui seberapa besar suatu cairan membasahi permukaan benda padat. Jika sudut kontak besar ( $>90^\circ$ ), maka pembasahan yang terjadi tidak baik karena menunjukkan sedikit sekali permukaan yang terbasahi. Sedangkan jika nilai sudut kontak kecil ( $<90^\circ$ ), maka pembasahan yang terjadi sangat baik. Adapun jika nilai sudut kontak sangat kecil ( $0^\circ$ ), maka pembasahan yang terjadi dikatakan sempurna.

### 2.8.2 Uji Tarik

Uji tarik merupakan uji sifat mekanik membran yang menunjukkan ukuran kekuatan suatu bahan, yang meliputi tegangan (*stress*) dan regangan (*strain*). Untuk mengetahui kekuatan mekanik membran dapat dihitung menggunakan rumus:

#### 1. Tegangan (*Stress*)

Tegangan ( $\sigma$ ) didefinisikan sebagai besarnya gaya ( $F$ ) dibagi dengan luas penampang ( $A$ ). Hubungan antara besarnya gaya yang diberikan dengan besarnya tegangan ditunjukkan pada persamaan berikut :

$$\sigma = \frac{F}{A} \quad (2.1)$$

#### 2. Regangan (*Strain*)

Regangan didefinisikan perubahan relatif bentuk suatu bahan yang mengalami tegangan. Regangan ( $\epsilon$ ) akibat tarikan pada bahan didefinisikan

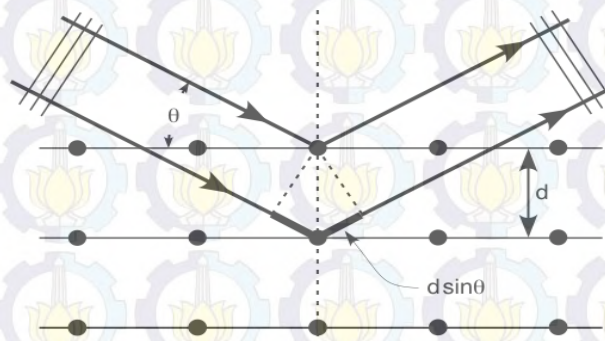


sebagai pertambahan panjang ( $\Delta l$ ) terhadap panjang awal ( $l_0$ ). Secara matematis dapat ditulis pada persamaan berikut:

$$\varepsilon = \frac{\Delta l}{l_0} \quad (2.2)$$

### 2.8.3 X-Ray Diffraction (XRD)

XRD adalah metode analisis berdasarkan interaksi antara materi dengan radiasi elektromagnetik sinar X, yakni pengukuran radiasi sinar-X yang terdifraksi oleh bidang kristal. Karakterisasi dengan XRD ini digunakan dengan tujuan untuk menentukan struktur dan identifikasi kristal. Pola yang dihasilkan dari difraksi pada setiap materi akan berbeda satu sama lain, sehingga XRD dapat digunakan untuk identifikasi dan memberikan informasi tentang sebuah kristal yang tersusun dari unit-unit molekuler (Asmuni, 2006). Prinsip dari XRD ini berdasarkan hukum Bragg yang ditunjukkan dari skema pada Gambar 2.8



Gambar 2.8 Skema XRD dari Prinsip Hukum Bragg (Asmuni, 2006)

Jika dua berkas sinar yang paralel mengenai bidang-bidang kristal yang sama dengan jarak antarbidang ( $d$ ), maka perbedaan jarak yang ditempuh kedua sinar tersebut berbanding lurus dengan panjang gelombangnya. Hal ini dinyatakan dalam Persamaan Bragg berikut:

$$N \lambda = 2 d \sin \theta \quad (2.3)$$

Keterangan:  $\lambda$  = panjang gelombang sinar-X

$d$  = jarak antarbidang

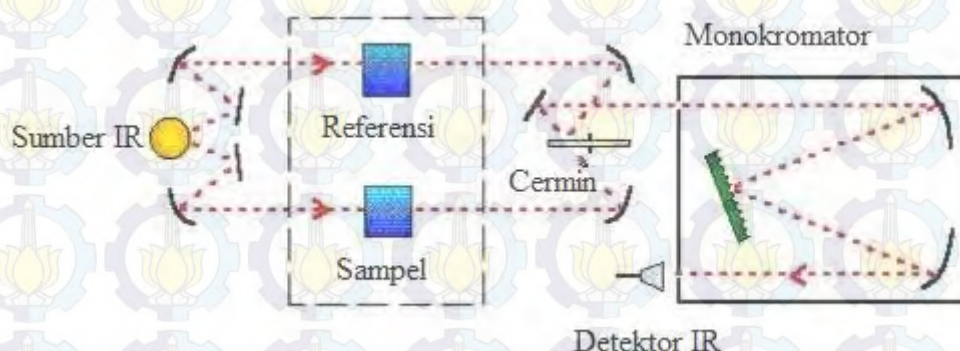
$\theta$  = sudut difraksi



Prinsip XRD adalah difraksi gelombang sinar X yang mengalami *scattering* setelah bertumbukan dengan atom kristal. Pola difraksi yang dihasilkan merepresentasikan struktur kristal sehingga dapat ditentukan parameter kisi, ukuran kristal, dan identifikasi fasa kristalin. Jenis material dapat ditentukan dengan membandingkan hasil XRD dengan katalog hasil difraksi (Asmuni, 2006).

#### 2.8.4 FT-IR (*Fourier Transform-Infra Red*)

Spektroskopi IR digunakan untuk penentuan struktur dengan informasi penting tentang gugus fungsional suatu molekul. Penentuan struktur ini dilakukan dengan melihat plot spektrum IR yang terdeteksi oleh alat FT-IR yang menyatakan jumlah radiasi IR yang diteruskan melalui cuplikan sebagai fungsi frekuensi atau bilangan gelombang. Prinsip kerja dari alat FT-IR ini dapat dilihat pada Gambar 2.9



Gambar 2.9 Prinsip Kerja FT-IR (Vaughan dan Vaughan, 2009)

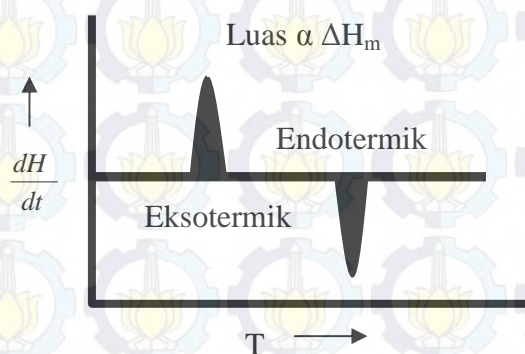
Prinsip kerjanya dimulai dari sinar yang datang dari sumber sinar akan diteruskan dan kemudian dipecah oleh pemecah sinar menjadi dua bagian sinar yang saling tegak lurus. Kemudian sinar dipantulkan oleh dua cermin, yaitu cermin diam dan cermin bergerak. Sinar hasil pantulan kedua cermin akan dipantulkan kembali menuju pemecah sinar untuk saling berinteraksi. Dari pemecah sinar, sebagian sinar akan diarahkan menuju cuplikan dan sebagian menuju sumber. Gerakan cermin yang maju mundur akan menyebabkan sinar yang sampai di detektor akan berfluktuasi. Sinar akan saling menguatkan ketika kedua cermin memiliki jarak yang sama terhadap detektor dan akan saling melemahkan jika kedua cermin memiliki jarak yang berbeda. Fluktuasi sinar yang



sampai pada detektor akan menghasilkan sinyal pada detektor dan selanjutnya menjadi spektrum IR dengan bantuan komputer (Hendayana, 1994).

### 2.8.5 DSC/TGA (*Differential Scanning Calorimetry/Thermal Gravimetric Analysis*)

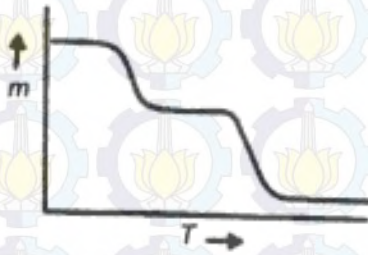
DSC/TGA merupakan analisis termal yang digunakan untuk mengukur sifat fisik dan kimia material sebagai fungsi dari suhu. DSC merupakan teknik uji analisis termal yang prinsipnya berdasarkan perbedaan jumlah panas yang dibutuhkan atau dilepaskan untuk menaikkan suhu dari zat yang akan dianalisis dibanding dengan zat standar. Fungsi analisis DSC yaitu untuk analisis senyawa kimia yang terbentuk atau terurai secara eksotermis dan endotermis. Berikut kurva termogram DSC ditunjukkan pada Gambar 2.10



Gambar 2.10 Kurva Termogram DSC

TGA merupakan teknik analisis yang digunakan untuk menentukan stabilitas termal suatu material dan fraksi komponen volatil dengan menghitung perubahan berat yang dihubungkan dengan temperatur. Analisis TGA meliputi berat, temperatur, dan perubahan temperatur. Fungsi TGA untuk menentukan karakteristik material polimer, penurunan temperatur, kandungan material yang diserap, komponen anorganik dan organik dalam material, dekomposisi material, dan residu bahan pelarut. Kurva termogram TGA dapat dilihat pada Gambar 2.11





Gambar 2.11 Kurva Termogram TGA

### 2.8.6 Uji Porositas Membran

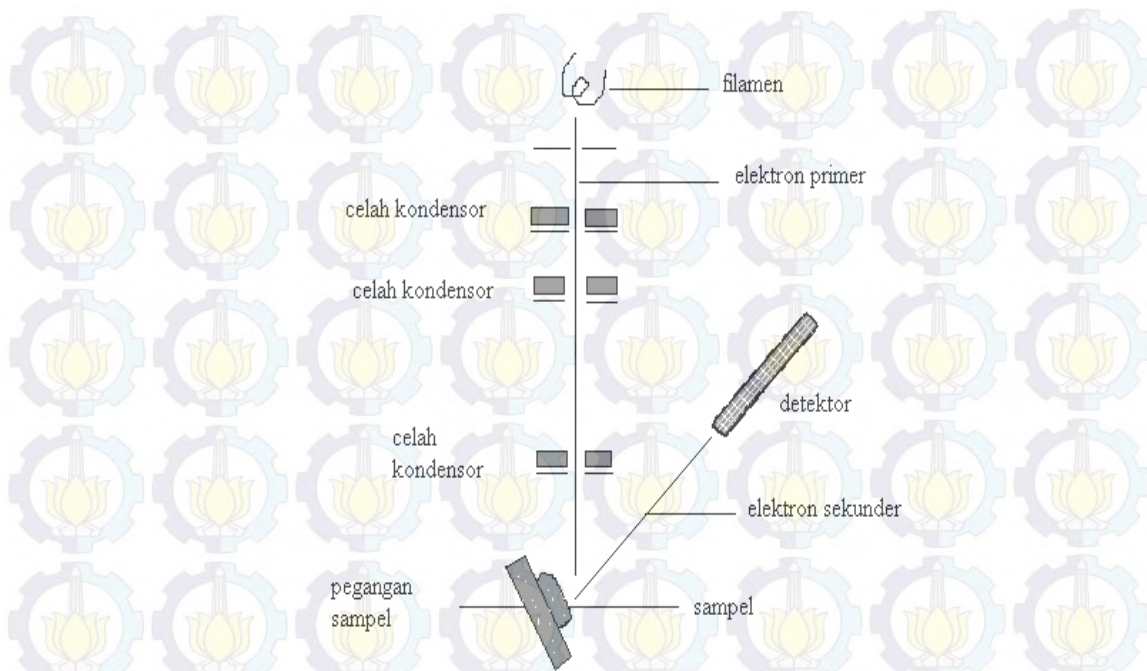
Uji porositas dilakukan untuk mengetahui banyaknya zat atau komponen yang bisa diserap oleh membran. Uji porositas biasanya dilakukan terhadap air, jadi dapat diketahui besarnya air yang dapat diserap oleh membran. Cara yang dilakukan untuk melakukan uji porositas yaitu dengan merendam membran dalam air selama 24 jam pada suhu kamar, kemudian membran ditimbang. Setelah itu membran dikeringkan dalam oven vakum pada suhu 60°C selama 48 jam sampai benar-benar kering selanjutnya ditimbang. Adapun besarnya porositas membran dapat dihitung menggunakan rumus pada Persamaan (2.4)

$$\% \text{ Porositas} = \frac{(W_{\text{wet}} - W_{\text{dry}})}{W_{\text{dry}}} \times 100\% \quad (2.4)$$

### 2.8.7 Uji Morfologi Membran

Karakterisasi uji morfologi membran menggunakan SEM dilakukan dengan tujuan untuk mengetahui struktur permukaan dan penampang lintang suatu polimer menggunakan mikroskop elektron. Selain itu, SEM juga dapat mengetahui distribusi pori, ukuran pori, dan porositas pada permukaan membran. Adapun prinsip kerja dari SEM ini dapat dilihat pada Gambar 2.12





Gambar 2.12 Skema Kerja SEM (Mulder, 1996)

Prinsip kerja SEM dimulai dengan berkas elektron primer yang memiliki energi kinetik 1 – 25 kV ditembakkan pada sampel membran. Kemudian elektron tersebut direfleksikan atau dipancarkan, disebut elektron sekunder, yang mengakibatkan munculnya gambar yang teramati pada layar *micrograph* SEM. Ketika berkas elektron dikenakan pada membran, ada kemungkinan membran akan terbakar atau rusak. Kerusakan ini dipengaruhi oleh jenis membran dan kecepatan berkas elektron yang diberikan, sehingga kerusakan ini harus dicegah dengan melapisi membran dengan lapisan konduksi (biasanya lapisan emas). Selain itu, kerusakan juga dapat terjadi ketika membran dikeringkan. Tindakan pencegahan kerusakan itu adalah dengan menggunakan *cryounit* atau mengganti air membran dengan cairan yang mempunyai tegangan permukaan lebih kecil dari air saat pengeringan, seperti: etanol, butanol, pentana, dan heksana (Mulder, 1996).

### 2.8.8 Fluks dan Rejeksi

Fluks dan rejeksi merupakan penentuan kinerja membran dari aplikasinya sebagai lapisan pemisah yang selektif. Fluks atau permeabilitas didefinisikan sebagai jumlah volume permeat yang melewati membran per satuan luas



permukaan per satuan waktu. Harga fluks ditentukan dengan rumus pada Persamaan (2.5)

$$J = \frac{V}{A \times t} \quad (2.5)$$

Keterangan:  $J$  = nilai fluks ( $L.m^{-2}.jam^{-1}$ )

$t$  = waktu (jam)

$V$  = volume permeat (L)

$A$  = luas permukaan membran ( $m^2$ )

Sedangkan rejeksi atau permselektivitas, merupakan kemampuan membran untuk meloloskan spesi tertentu dan menahan spesi yang lain. Rejeksi ( $R$ ) menunjukkan harga fraksi konsentrasi zat terlarut yang tertahan oleh membran yang dapat dihitung dengan rumus Persamaan (2.6)

$$R = \left( 1 - \frac{C_p}{C_f} \right) \times 100\% \quad (2.6)$$

Keterangan:  $R$  = koefisien rejeksi (%)

$C_p$  = konsentrasi zat terlarut dalam permeat

$C_f$  = konsentrasi zat terlarut dalam umpan/*feed*

Semakin besar koefisien rejeksi, maka membran semipermeabel yang dihasilkan semakin ideal (Baker, 2012).



## BAB 3 METODOLOGI

### 3.1 Alat dan Bahan

#### 3.1.1 Alat

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini dibagi menjadi 3 tahap yaitu untuk: (1) Preparasi membran serat berongga (*hollow fiber*) PVDF/PEG400-TiO<sub>2</sub> memerlukan botol larutan cetak dan tutupnya, pengaduk, motor pengaduk, *hot plate*, gelas beker, spatula, timbangan, oven, alat spinning, bak plastik, plastik klip, dan viskometer; (2) Uji reaktor membran fotokatalitik membran dengan peralatan kayu lapis, pompa, kain hitam, tempat sampel, lampu Ultra Violet (UV), pipa PVC, blender, dan selang; dan (3) Karakterisasi membran menggunakan Bruker Quantax EDS for SEM, Philips Analytical X-Ray, Tensile Tester (Model: LRX2.5KN, LLYOD), Contact Angle Goniometer (Model: OCA 15EC, Dataphysics), Fourier Transform Infrared Spectroscopy Shimadzu, dan TGA/DSC1 Star System.

#### 3.1.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain: nanopartikel TiO<sub>2</sub> (Titanium Oksida) Degussa P25, PEG400 (Poli Etilen Glikol) Qrec, PVDF (Polivinilidin florida) Kynar®740 dari Arkema Inc. Philadelphia, DMAc (N,N-dimetilasetamida) dari Merck, gliserol, epoksi resin, minyak, air, dan aquades.

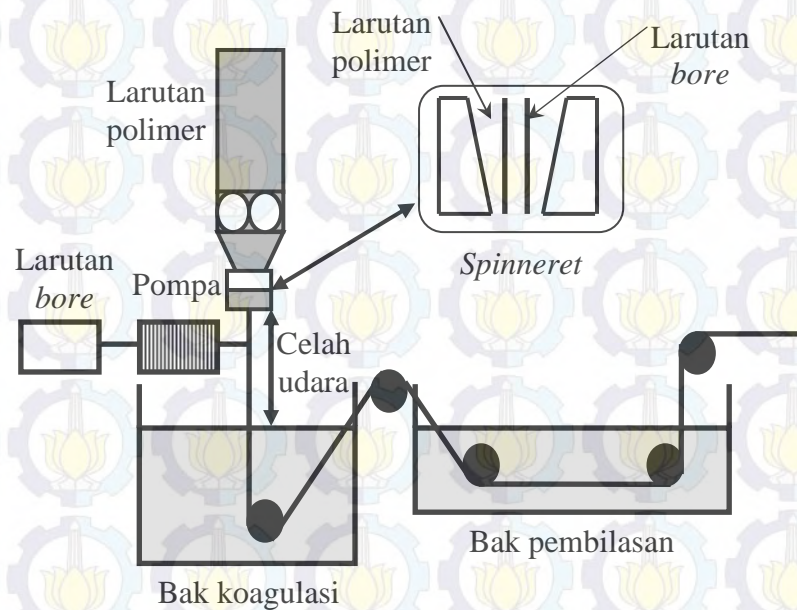
### 3.2 Prosedur Kerja

#### 3.2.1 Preparasi Membran PVDF/PEG400-TiO<sub>2</sub>

Preparasi membran PVDF/PEG-TiO<sub>2</sub> pada penelitian ini didasarkan pada metode yang dilakukan oleh Ong, dkk. (2013) dan Xu, dkk. (1999). Metode preparasi ini dimulai dengan menyiapkan 18 gram berat PVDF, yang sudah dikeringkan dalam oven pada suhu 50°C. PVDF tersebut kemudian ditambahkan aditif PEG400 dengan perbedaan persen berat 0 gram, 1 gram, 2 gram, 3 gram, 4 gram dan 2 gram berat TiO<sub>2</sub>. Semua material membran dan kedua bahan aditif



tersebut dilarutkan dalam pelarut DMAc hingga terlarut sempurna. Larutan tersebut diaduk dengan kekuatan 600 rpm dan diultrasonikasi untuk menghasilkan larutan cetak. Selanjutnya larutan cetak dicetak dengan metode *dry-wet spinning* untuk fabrikasi membran serat berongga (*hollow fiber*). Bagan proses fabrikasi membran PVDF dapat dilihat pada Gambar 3.1



Gambar 3.1 Skema Diagram Proses *Dry-Wet Spinning* (Mulder, 1996)

Pada Gambar 3.1 dapat dilihat bahwa larutan cetak yang siap dicetak menjadi membran, dipompa melalui *spinneret*. Sebelum memasuki *spinneret*, larutan disaring melalui *filter pack*. Setelah melewati *spinneret*, larutan direndam dalam bak koagulasi, hingga membentuk membran serat. Kondisi detail dalam proses *spinning* ini ditunjukkan dalam Tabel 3.1

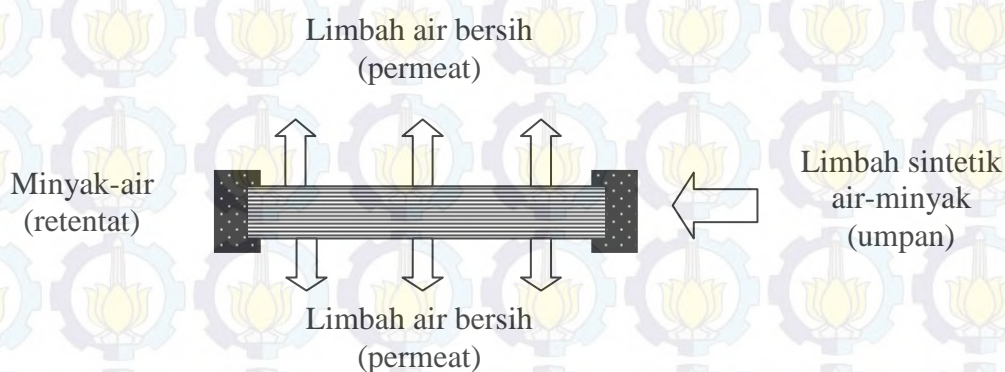
Tabel 3.1 Kondisi *Spinning* Serat Berongga

Parameter <i>Spinning</i>	Nilai	Pustaka
Diameter luar/diameter dalam spinneret	1,15/0,55 mm/mm	Ong, dkk. (2013)
Tingkat alir larutan cetak	10,5 cm <sup>3</sup> /min	
<i>Bore fluid rate</i>	3,5 cm <sup>3</sup> /min	
<i>Bore fluid temperature</i>	27°C	
Jarak celah udara	3 cm	
Koagulan eksternal	<i>Tap water</i>	
Suhu koagulan	27°C	
Kecepatan drum <i>wind-up</i>	18,3 cm/s	



Larutan cetak setelah proses *spinning* selanjutnya direndam dalam bak koagulasi yang berisi air selama 2 hari. Kemudian membran serat berongga tersebut direndam dalam 10% berat larutan gliserol dan dibiarkan selama 1 hari. Membran serat berongga kemudian dikeringkan pada suhu ruang selama 3 hari sebelum dibentuk dalam sebuah modul.

Sebanyak 10 – 20 buah membran serat berongga dengan panjang 40 cm dimasukkan menjadi satu dalam tabung PVC menggunakan epoksi resin. Kemudian modul dibiarkan pada suhu kamar agar membran serat berongga di dalamnya mengeras. Adapun modul membran serat berongga dapat dilihat pada Gambar 3.2



Gambar 3.2 Modul Membran Serat Berongga (Mulder, 1996)

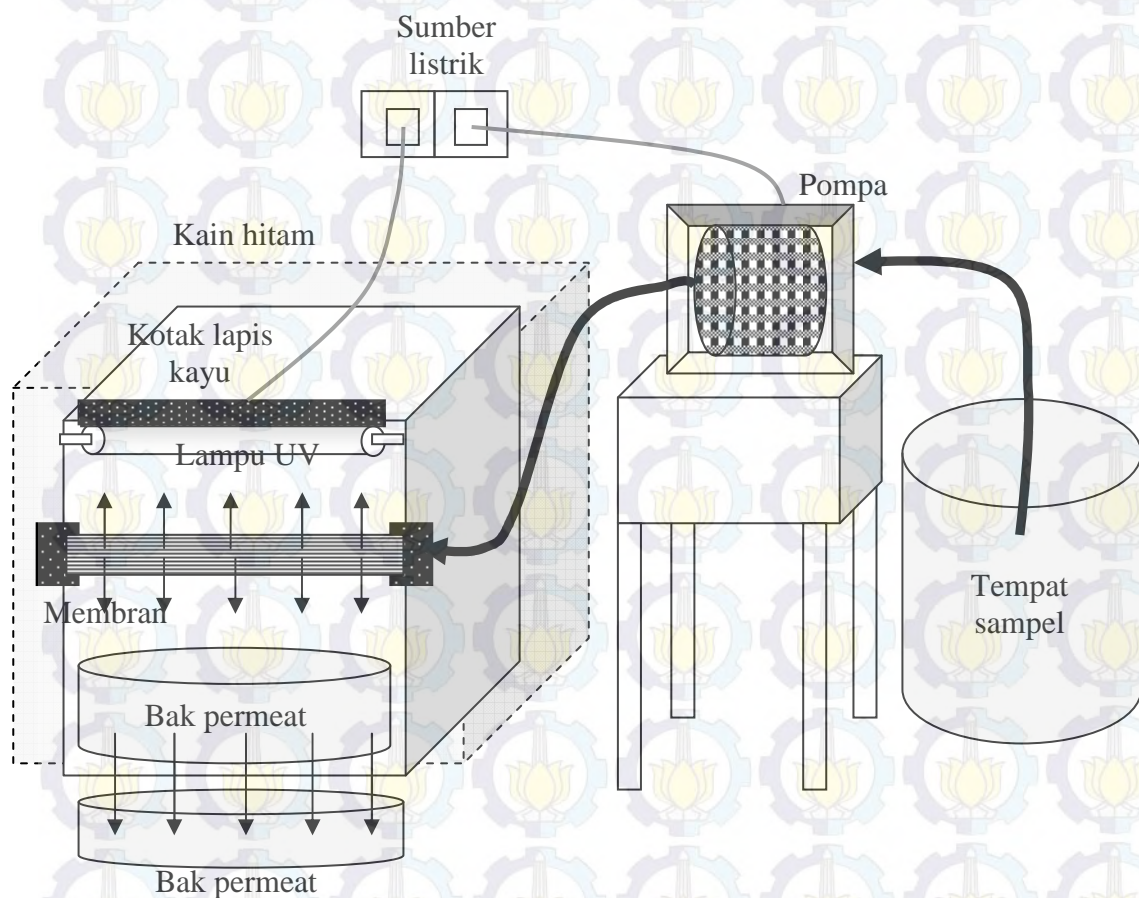
### 3.2.2 Preparasi Larutan yang Mengandung Minyak

Pembuatan larutan yang mengandung minyak dipreparasi dengan mencampurkan aquades dengan minyak pelumas yang biasanya digunakan untuk kendaraan bermotor. Emulsi disiapkan dengan mencampurkan air dan minyak dalam *blender* pada suhu ruang selama beberapa menit hingga bercampur. Campuran minyak-air tersebut konsentrasinya dibuat bervariasi sebesar 90 ppm, 125 ppm, dan 160 ppm.



### 3.2.3 Pembuatan Reaktor Fotokatalitik Membran untuk Aplikasi Pemisahan Limbah Sintetik Air-Minyak

Pada penelitian ini, aplikasi untuk memisahkan limbah sintetik air-minyak dilakukan menggunakan reaktor fotokatalitik membran. Reaktor tersebut dibuat berdasarkan prinsip aplikasi membran serat berongga, yaitu dengan sistem *cross flow*. Desain reaktor fotokatalitik membran dapat dijelaskan pada Gambar 3.3



Gambar 3.3 Desain Reaktor Fotokatalitik Membran Serat Berongga Dimodifikasi (Mulder, 1996)

Pada Gambar 3.3 dapat dilihat bahwa reaktor fotokatalitik membran tersebut digunakan untuk memisahkan limbah sintetik minyak-air dengan membran serat berongga. Proses dimulai dari pembuatan limbah sintetik minyak-air dengan memblender campuran minyak dan air pada variasi konsentrasi 90 ppm, 125 ppm, dan 160 ppm. Kemudian limbah sintetik dimasukkan ke dalam



tempat sampel. Selanjutnya membran serat berongga dibuat modul dengan cara ujung kiri dan kanan membran serat berongga dimasukkan ke dalam tabung PVC dan direkatkan menggunakan epoksi resin. Setelah epoksi resin mengering, maka modul membran serat berongga dipasang pada reaktor fotokatalitik membran. Jika tempat sampel berisi larutan umpan dan modul membran serat berongga sudah siap, maka pompa dinyalakan. Pompa menyedot sampel limbah sintetik minyak-air dan kemudian disalurkan ke modul membran menggunakan tekanan kecil (1 – 5 bar). Partikel minyak akan ditahan dan partikel air akan diloloskan sehingga hasil yang didapatkan adalah air bersih pada bak plastik di bawah modul membran serat berongga. Per satuan waktu (tiap jam) air bersih yang merupakan permeat akan dikeluarkan untuk penghitungan fluks dan rejeksi membran serat berongga.

### **3.3 Karakterisasi PVDF- $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$**

#### **3.3.1 Uji Sudut Kontak**

Uji sudut kontak dilakukan menggunakan alat OCA15EC. Sudut kontak membran ditentukan dengan teknik sudut kontak Goniometer. Sampel dikontakkan dengan air yang terionisasi sebagai kontak antara cairan dengan sampel. Paling tidak ada 10 titik pada permukaan membran serat berongga yang akan diukur sudut kontak. Data hasil sudut kontak sampel membran PVDF/PEG400- $\text{TiO}_2$  ini diambil dari nilai sudut kontak rata-rata dari sepuluh titik yang diukur.

#### **3.3.2 Uji Tarik Membran**

Uji tarik dilakukan untuk menentukan sifat mekanik membran serat berongga. Preparasi dilakukan dengan memotong sampel membran berukuran panjang 40 mm. Selanjutnya kedua ujung sampel membran dijepit dengan alat uji tarik dan ditarik hingga putus menggunakan kecepatan 10 mm/menit. Data yang diperoleh dari hasil uji tarik ini meliputi *stress* (tegangan) dan *strain* (regangan) pada kondisi minimal dan maksimal.



### 3.3.3 XRD (*X-Ray Diffraction*)

Karakterisasi XRD dilakukan menggunakan sumber radiasi  $\text{CuK}\alpha$  ( $\lambda=1,54056$ ) dan pada skala  $2\theta$  sebesar  $5 - 50^\circ$  dengan interval scan  $0,020^\circ$ . Untuk uji XRD, sampel dilekatkan pada sebuah pelet kemudian ditekan agar lebih rekat. Sampel tersebut kemudian diuji dengan XRD hingga muncul puncak yang menunjukkan kandungan dalam sampel. Data yang diperoleh berupa *d spacing*,  $2\theta$ , dan intensitas puncak difraksi dari sampel. Data tersebut kemudian dicocokkan dengan difraktogram nanopartikel material.

### 3.3.4 FT-IR (*Fourier Transform-Infra Red*)

Analisis FT-IR bertujuan untuk menentukan struktur material membran dengan informasi penting tentang gugus fungsi molekul. Analisis dengan FT-IR dipreparasi dengan 1 helai membran serat berongga PVDF/PEG400- $\text{TiO}_2$  diletakkan dalam pelet analisis FT-IR dan selanjutnya dianalisis. Gugus fungsi yang menjadi fokus dalam penelitian ini yaitu O – H pada kisaran bilangan gelombang  $1310 - 1410 \text{ cm}^{-1}$ , C = O pada kisaran bilangan gelombang  $1600 - 1650 \text{ cm}^{-1}$ , dan C – N pada kisaran bilangan gelombang  $1020 - 1090 \text{ cm}^{-1}$ .

### 3.3.5 DSC/TGA

DSC dilakukan untuk menganalisis senyawa minyak yang terurai secara eksotermis atau endotermis. Pada DSC, energi yang diperlukan untuk membuat perbedaan temperatur antara sampel dan pembanding mendekati nol diukur dan dianalisis pada suhu yang sama dalam lingkungan panas atau dingin dengan kecepatan yang teratur. Sedangkan untuk TGA dilakukan untuk mengukur berkurangnya massa membran ketika dipanaskan secara kontinyu dari suhu kamar sampai suhu tinggi, sehingga dapat diketahui di suhu berapa saja membran akan kehilangan massa yang cukup signifikan. Pada penelitian ini lebih fokus pada tujuan untuk mengetahui stabilitas termal membran melalui berkurangnya massa membran (analisis TGA).



### 3.3.6 Uji Porositas Membran

Cara yang dilakukan untuk melakukan uji porositas yaitu dengan merendam membran dalam air selama 24 jam pada suhu kamar, kemudian membran ditimbang. Setelah itu membran dikeringkan dalam oven vakum pada suhu 60°C selama 48 jam sampai benar-benar kering selanjutnya ditimbang. Adapun besarnya porositas membran dapat dihitung menggunakan Persamaan (2.4.).

### 3.3.7 SEM-EDX

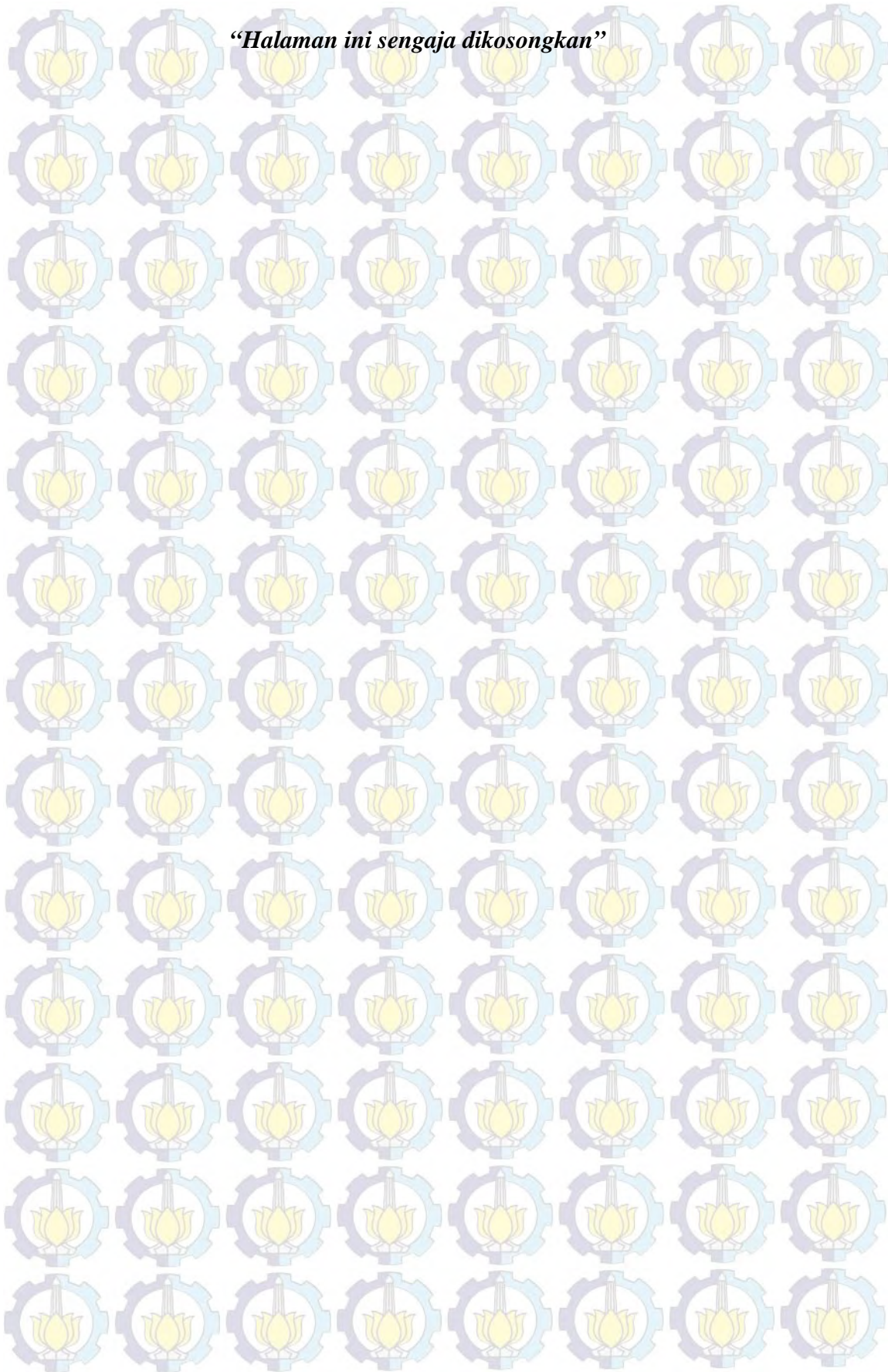
SEM-EDX digunakan untuk menentukan morfologi membran. Sampel membran dikeringkan terlebih dahulu, kemudian direndam dengan Nitrogen cair selama beberapa detik hingga sampel mengeras. Sampel yang sudah direndam tersebut, lalu diangkat dan dipatahkan dengan pinset pada kedua ujungnya. Potongan sampel ini kemudian dilapisi dengan emas murni untuk penghantar. Sampel kemudian ditentukan morfologinya pada bagian permukaan dan penampang lintang, sehingga dapat diketahui morfologi membran PVDF/PEG400-TiO<sub>2</sub>. Setelah dilihat morfologi pada permukaan dan penampang lintangnya, selanjutnya di EDX pada beberapa spot membran untuk mengetahui unsur apa saja yang ada di membran dan melihat homogenitas membran.

### 3.3.8 Penentuan Fluks dan Rejeksi

Penentuan fluks dan rejeksi merupakan penentuan utama kinerja membran. Pengukuran nilai fluks dilakukan dengan mengukur volume campuran air dan minyak yang tertampung dalam selang waktu tertentu. Sedangkan, pengukuran rejeksi dilakukan dengan mengukur konsentrasi larutan umpan campuran air dan minyak sebelum dan sesudah melewati membran dengan uji TOC (*Total Organic Carbon*). Adapun penentuan fluks dan rejeksi ini dapat ditentukan dengan rumus yang ditunjukkan pada Persamaan (2.5) dan (2.6).



*“Halaman ini sengaja dikosongkan”*





## BAB 4

### HASIL DAN PEMBAHASAN

Pada penelitian ini, pemisahan limbah sintetis air-minyak pada membran serat berongga PVDF/PEG400-TiO<sub>2</sub> dilakukan dalam tiga tahap. Tahap pertama dilakukan preparasi membran serat berongga PVDF/PEG400-TiO<sub>2</sub> yang diawali dengan pembuatan larutan cetak dengan proses inversi fasa rendap endap yang divariasikan penambahan PEG400 pada 0 gram; 1 gram; 2 gram; 3 gram; dan 4 gram, kemudian dilakukan *spinning* dengan metode *dry-wet spinning*. Tahap kedua, membran serat berongga PVDF/PEG400-TiO<sub>2</sub> yang telah terbentuk dikarakterisasi menggunakan uji sudut kontak dengan metode goniometer, uji tarik, uji *X-Ray Diffraction* (XRD), uji *Fourier Transform Infrared* (FT-IR), uji DSC-TGA (*Differential Scanning Calorimetry/Thermal Gravimetric Analysis*), uji porositas, dan uji morfologi membran dengan *Scanning Electron Microscopy* (SEM). Tahap ketiga dilakukan aplikasi pemisahan limbah sintetis air-minyak dengan reaktor membran fotokatalitik dengan variasi konsentrasi limbah sintetis air-minyak pada 90 ppm, 125 ppm, dan 160 ppm. Kemudian membran dikarakterisasi dengan uji SEM dan uji FT-IR.

#### 4.1 Preparasi Membran Serat Berongga PVDF/PEG400-TiO<sub>2</sub>

Preparasi membran serat berongga PVDF/PEG400-TiO<sub>2</sub> diawali dengan memanaskan polimer PVDF di dalam oven pada suhu 60°C selama 24 jam sesuai dengan prosedur penelitian yang telah dilakukan oleh Xu, dkk. (1999) dan Ong, dkk. (2013). Pemanasan polimer PVDF di dalam oven ini dilakukan dengan tujuan untuk menghilangkan pengotor yang ada pada polimer PVDF, baik itu air ataupun pengotor lainnya. PVDF yang sudah dipanaskan dalam oven selanjutnya dapat digunakan pada pembuatan larutan cetak. Tahapan selanjutnya yaitu preparasi membran serat berongga PVDF/PEG400-TiO<sub>2</sub> dengan metode inversi fasa rendap endap (*immersion precipitation*). Proses preparasi membran serat berongga PVDF/PEG400-TiO<sub>2</sub> dilakukan dengan pembuatan larutan cetak yang komposisinya dapat dilihat pada Tabel 4.1



Tabel 4.1 Komposisi Larutan Cetak Membran Serat Berongga PVDF/PEG400-TiO<sub>2</sub>

PVDF (gram)	DMAc (ml)	TiO <sub>2</sub> (gram)	PEG (ml)
18	80	2	0
18	80	2	1
18	80	2	2
18	80	2	3
18	80	2	4

Tabel 4.1 menunjukkan larutan cetak yang akan dibuat berjumlah 5 dengan variasi pada penambahan PEG400 sebagai aditif. Komposisi polimer PVDF, aditif TiO<sub>2</sub>, dan pelarut DMAc dibuat sama. Komposisi ini menunjukkan bahwa dalam penelitian ini akan terfokus pada pengaruh penambahan aditif PEG400 untuk membran fotokatalitik PVDF-TiO<sub>2</sub>.

Pembuatan larutan cetak dilakukan pertama kali dengan menambahkan PEG400, TiO<sub>2</sub>, dan DMAc yang kemudian diaduk menggunakan pengaduk magnetik pada kekuatan 600 rpm selama setengah hari hingga larutan cetak akan saling bercampur membentuk koloid. Setelah membentuk koloid, ditambahkan polimer PVDF dan diaduk lagi seperti pada Gambar 4.1

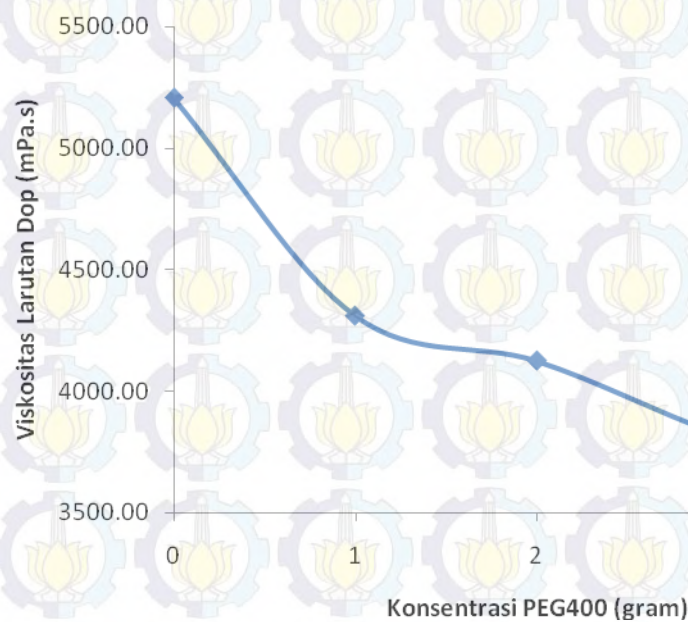


Gambar 4.1 Larutan Cetak Membran Serat Berongga PVDF/PEG400-TiO<sub>2</sub>



Bercampurnya polimer PVDF pada larutan cetak membutuhkan waktu kurang lebih 24 jam hingga membentuk koloid dan tidak ada padatan PVDF yang belum larut membentuk koloid. Larutan cetak selanjutnya diultrasonikasi selama 30 menit dengan tujuan untuk menghilangkan gelembung udara yang ada pada larutan cetak.

Sebelum larutan cetak *dispinning*, larutan cetak diukur terlebih dahulu viskositasnya. Hasil dari pengukuran viskositas larutan dop dapat dilihat pada Gambar 4.2



Gambar 4.2 Hubungan Antara Konsentrasi PEG400 dan Viskositas Larutan

Hasil pengukuran viskositas menunjukkan bahwa semakin banyak konsentrasi PEG400 yang ditambahkan, maka akan semakin kecil nilai viskositas larutan cetak. Penurunan nilai viskositas larutan cetak ini dikarenakan sifat hidrofil aditif PEG400. Hasil viskositas ini sama dengan penelitian Smith, dkk. (2015) yang menunjukkan penurunan nilai viskositas seiring dengan penambahan aditif. Perubahan viskositas dapat diidentifikasi adanya interaksi pada material komposit. Tiga interaksi utama yang menyebabkan penurunan viskositas adalah pengurangan ikatan polimer karena penyerapan aditif, peningkatan volume matriks membran, dan aditif mampu membentuk pori membran yang baru.



Larutan cetak selanjutnya akan *dispinning* untuk mencetak membran serat berongga PVDF/PEG400-TiO<sub>2</sub>. Proses *spinning* dilakukan dengan kondisi tertentu seperti yang telah dibahas pada Bab III. Kondisi ini sesuai dengan karakteristik fisik dari larutan cetak yang digunakan. Proses *spinning* dimulai dengan menuangkan larutan cetak pada wadah larutan polimer dengan posisi spinneret masih tertutup. Larutan *bore* dimasukkan ke dalam alat *spinning* dan bak koagulasi diisi dengan air. Setelah semua siap, selanjutnya mengalirkan gas Nitrogen ke tempat larutan cetak dan membuka spinneret. Membran kemudian akan keluar dari spinneret dan berinteraksi dengan udara dan selanjutnya masuk dalam bak koagulasi. Di bak koagulasi, PEG400 akan berdifusi ke pelarut DMAc, sehingga akan membentuk pori membran. Selanjutnya membran terus ditarik hingga pada bak pembilasan dan diputar pada mesin pemutar (*drum wind-up*). Membran yang sudah didapatkan selanjutnya dipotong dan dimasukkan dalam bak koagulasi.

Pada proses *spinning* yang dilakukan dalam penelitian ini, kondisi *spinning* yang dihasilkan ditampilkan pada Tabel 4.2

Tabel 4.2 Kondisi *Spinning* Preparasi Membran Serat Berongga PVDF/PEG400-TiO<sub>2</sub>

Parameter	Komposisi PEG (gram)				
	0	1	2	3	4
Diameter luar/dalam spinneret (mm/mm)	1,5/0,55	1,5/0,55	1,5/0,55	1,5/0,55	1,5/0,55
Tingkat alir larutan cetak (cm <sup>3</sup> /menit)	13	11	11	11	11
Tingkat alir larutan <i>bore</i> (cm <sup>3</sup> /menit)	3,00	3,00	3,00	3,00	3,00
Suhu larutan <i>bore</i> (°C)	27	27	27	27	27
Jarak celah udara (cm)	3	3	3	3	3
Koagulan	Air	Air	Air	Air	Air
Suhu koagulan (°C)	27	27	27	27	27
Kecepatan mesin pemutar (cm/detik)	2,1	2,6	2,6	2,6	2,6

Tabel 4.2 menjelaskan tentang kondisi *spinning* pada preparasi membran serat berongga PVDF/PEG400-TiO<sub>2</sub>. Parameter kondisi *spinning* yang tetap antara lain: (1) Diameter luar/diameter dalam spinneret merupakan penentu



ukuran diameter rongga dalam membran serat berongga. Ukuran spinneret 1,5/0,55 yang digunakan menghasilkan ukuran diameter luar/diameter dalam membran 1,5 mm/0,55 mm; (2) Tingkat alir larutan *bore* ( $\text{cm}^3/\text{min}$ ): larutan *bore* yang digunakan dalam penelitian ini yaitu akuades. Larutan *bore* ini berfungsi untuk menjaga diameter dalam membran tetap terbuka. Kecepatan alir larutan *bore* tergantung pada tingkat alir larutan cetak. Pada penelitian ini, kecepatan alir larutan *bore* sama, yaitu  $3,00 \text{ cm}^3/\text{menit}$ ; (3) Suhu larutan *bore* ( $^{\circ}\text{C}$ ): suhu akuades yang digunakan dalam penelitian ini menggunakan suhu kamar yaitu  $27^{\circ}\text{C}$ ; (4) Jarak celah udara (cm): merupakan jarak antara spinneret dengan permukaan air bak koagulasi. Semakin besar jarak celah udara, maka ketebalan membran akan semakin kecil akibatnya proses penguapan pelarut dan aditif akan lebih kecil efisiensinya. Jarak celah udara dalam penelitian ini yaitu 3 cm. Jarak celah udara tersebut sesuai dengan penelitian yang dilakukan Shen, dkk. (2013) yang telah memvariasikan jarak celah udara. Hasil penelitiannya menunjukkan pada jarak celah udara 3 cm memberikan hasil kinerja membran terbaik dibandingkan jarak celah udara lainnya; (5) Koagulan: koagulan yang digunakan sama, yaitu air. Air digunakan sebagai koagulan karena air merupakan nonpelarut bagi PVDF dan pelarut DMAc; (6) Suhu koagulan: suhu koagulan yang digunakan yaitu  $27^{\circ}\text{C}$  atau merupakan suhu kamar.

Kondisi *spinning* tingkat alir larutan cetak ( $\text{cm}^3/\text{menit}$ ) dan kecepatan mesin pemutar (cm/detik) yang ditunjukkan didasarkan pada hasil pengukuran viskositas larutan dop yang ditunjukkan pada Gambar 4.2. Kondisi *spinning* pada Tabel 4.2. menunjukkan bahwa larutan cetak dengan PEG400 0 gram menunjukkan kondisi yang paling berbeda diantara larutan cetak lainnya. Tingkat alir larutan cetak pada membran serat berongga PVDF-TiO<sub>2</sub> memiliki tingkat alir paling tinggi karena larutan cetak memiliki viskositas paling besar, sehingga diperlukan tekanan lebih tinggi dibandingkan lainnya. Parameter kedua yang berbeda yaitu kecepatan mesin pemutar yang harus disesuaikan kecepatan keluarnya larutan cetak dari spinneret. Larutan cetak dengan konsentrasi PEG400 0 gram yang memiliki viskositas paling tinggi akan berdampak pada semakin lambat keluarnya larutan cetak dari spinneret, sehingga membutuhkan kecepatan yang lebih rendah dibandingkan lainnya.



Membran hasil *spinning* yang terkumpul pada mesin pemutar selanjutnya dipotong dan dilakukan seleksi membran berdasarkan pada terbentuknya diameter internal membran yang sempurna, seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.3



Gambar 4.3 Membran Serat Berongga dengan Hasil yang Baik

Setelah dilakukan pensortiran, maka selanjutnya merendam membran dalam bak koagulasi. Perendaman dalam bak koagulasi seperti pada Gambar 4.4



Gambar 4.4 Hasil *Spinning* Membran Serat Berongga dalam Bak Koagulasi

Perendaman membran dalam bak koagulasi dilakukan selama tiga hari. Perendaman hari pertama dan kedua dalam air pada suhu kamar bertujuan menghilangkan sisa pelarut dan aditif. Perendaman hari ketiga dalam gliserol 10% bertujuan untuk meminimalisir penyusutan rongga dan menghindari runtuhnya pori membran yang terbentuk. Selanjutnya membran dikeringkan pada suhu kamar selama tiga hari.

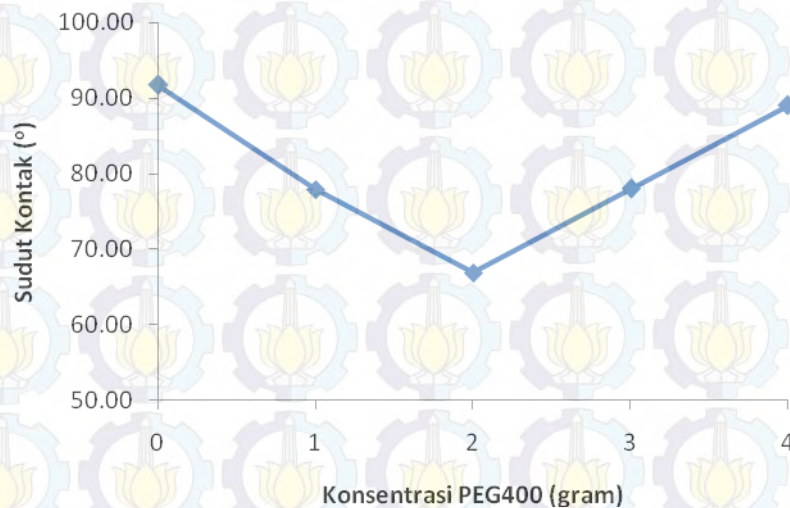
#### 4.2 Karakterisasi Membran Serat Berongga PVDF/PEG400-TiO<sub>2</sub>

Karakterisasi membran serat berongga PVDF/PEG400-TiO<sub>2</sub> meliputi uji sudut kontak, uji tarik, uji XRD, uji FT-IR, uji porositas, dan uji SEM.

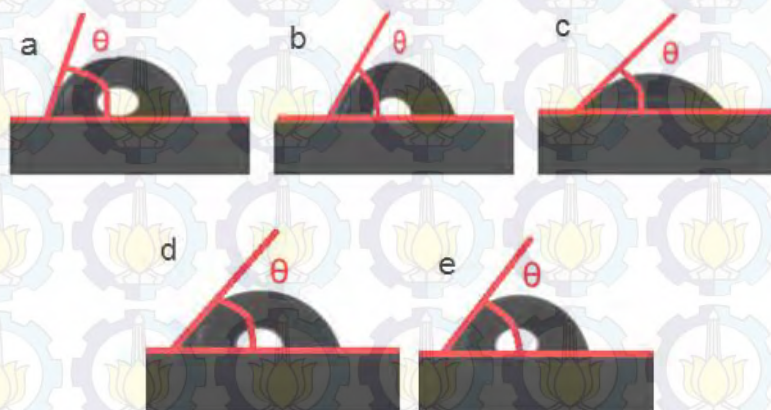


#### 4.2.1 Uji Sudut Kontak

Cara pengukuran uji sudut kontak dilakukan pada 10 titik yang berbeda yang ditunjukkan pada Lampiran B Tabel B.2.. Data hasil pengukuran rata-rata ditunjukkan pada Gambar 4.5 dan data digital pengukurannya ditunjukkan pada Gambar 4.6. Nilai sudut kontak dibagi menjadi tiga kategori, yaitu (1) Nilai sudut kontak besar ( $> 90^\circ$ ) menunjukkan pembasahan tidak baik, karena hanya sedikit permukaan yang terbasahi; (2) Nilai sudut kontak kecil ( $< 90^\circ$ ) menunjukkan pembasahan baik, karena banyak permukaan yang terbasahi; dan (3) Nilai sudut kontak sangat kecil ( $< 0^\circ$ ) menunjukkan pembasahan yang dapat dikatakan sempurna, karena membasahi semua permukaan.



Gambar 4.5 Hubungan Antara Konsentrasi PEG400 dan Sudut Kontak



Gambar 4.6 Hasil Gambar Digital Sudut Kontak pada Permukaan Membran (Keterangan: a. PEG400 0 gram; b. PEG400 1 gram; c. PEG400 2 gram; d. PEG400 3 gram; dan e. PEG400 4 gram)



Pada Gambar 4.5 dapat dilihat bahwa konsentrasi PEG400 yang ditambahkan pada membran PVDF/TiO<sub>2</sub> mempengaruhi nilai sudut kontak membran. Penambahan PEG400 dapat menurunkan nilai sudut kontak hingga terendah pada konsentrasi PEG400 2 gram dan selanjutnya meningkat lagi seiring dengan peningkatan konsentrasi PEG400. Penurunan nilai sudut kontak disebabkan oleh sifat hidrofisilitas PEG400, sedangkan peningkatan kembali nilai sudut kontak disebabkan oleh efek Wenzel atau efek Cassie. Menurut Gohari, dkk. (2013), efek Wenzel atau efek Cassie merupakan sebuah efek yang ditimbulkan akibat penambahan pengisi (*filler*) yang dimasukkan dalam larutan cetak membran. Penambahan pengisi tersebut berefek pada peningkatan sifat kekerasan permukaan membran dan peningkatan sifat hidrofobisitas membran. Efek Cassie ini dapat dijelaskan bahwa ketika larutan cetak direndam dalam bak koagulan, bahan aditif yang bersifat dapat campur (*missible*) dengan bahan non pelarut dalam bak koagulan, segera berdifusi keluar dari larutan cetak hingga dihasilkan membran padat. Semakin besar konsentrasi PEG400 yang ditambahkan dalam larutan cetak, semakin cepat difusi yang terjadi. Akibatnya, pada proses pemadatan larutan cetak dihasilkan pori yang lebih besar pada penambahan PEG400 dengan konsentrasi yang lebih besar. Namun, pada penambahan konsentrasi PEG400 3 dan 4 gram, terjadi penurunan ukuran pori. Hal ini dapat dijelaskan bahwa difusi pengisi, yaitu PEG400 ketika di rendam dalam bak koagulasi berjalan dengan cepat, sementara di permukaan membran ada sejumlah kecil udara yang terjebak. Udara yang terjebak ini menyebabkan permukaan membran menjadi kering, akibatnya kekasaran permukaan membran meningkat. Penjelasan tersebut yang kemudian membuktikan bahwa efek Cassie mampu menurunkan sudut kontak membran seiring dengan meningkatnya kekasaran permukaan. Efek Cassie ini yang menyebabkan sudut kontak membran PVDF/PEG400-TiO<sub>2</sub> dengan konsentrasi PEG400 3 gram dan 4 gram menjadi semakin meningkat. Oleh karenanya, sudut kontak membran PVDF/PEG400-TiO<sub>2</sub> terbaik pada konsentrasi PEG400 2 gram.

Hasil uji sudut kontak digital pada Gambar 4.6 menunjukkan pembasahan sempurna ada pada membran dengan konsentrasi PEG400 2 gram. Pembasahan sempurna dapat dilihat bahwa sudut kontak yang dihasilkan paling kecil



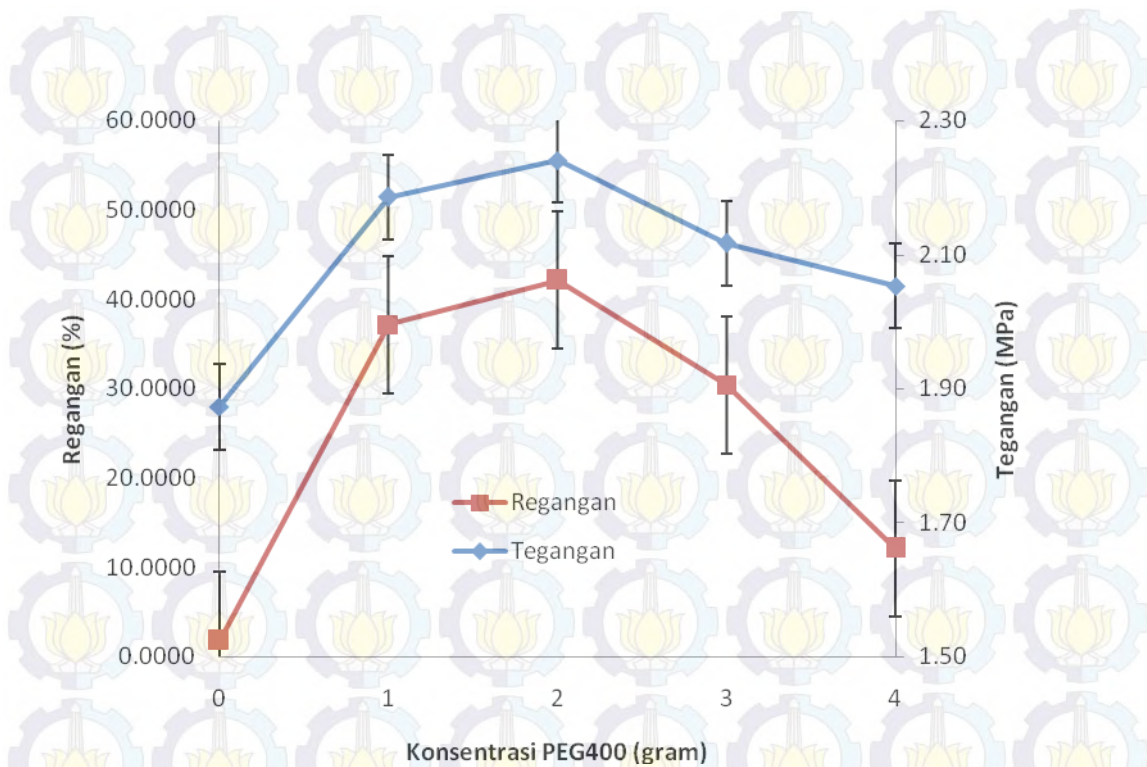
dibandingkan yang lainnya. Kecilnya nilai sudut kontak ini disebabkan oleh meningkatnya sifat hidrofisilitas dan efek Cassie seperti yang dijelaskan sebelumnya.

Hasil dari karakterisasi uji sudut kontak dalam penelitian ini sama dengan penelitian Gohari, dkk. (2013) yang menunjukkan dengan penambahan pengisi semakin menurunkan nilai sudut kontak hingga terendah pada 1,0 dan kemudian nilai sudut kontak kembali meningkat. Nilai sudut kontak minimum merupakan superimposisi terhadap dampak dari penambahan pengisi. Seiring dengan peningkatan pengisi, sudut kontak menurun dan kekasaran permukaan membran meningkat, sesuai dengan efek Cassie. Begitu pula dengan penelitian Ong, dkk. (2013), hasil uji sudut kontak menunjukkan penurunan nilai sudut kontak seiring dengan penambahan konsentrasi  $\text{TiO}_2$ , Namun kembali meningkat ketika penambahan konsentrasi  $\text{TiO}_2$  semakin besar. Peningkatan kembali nilai sudut kontak karena kekasaran permukaan menjadi lebih dominan dan menurunkan hidrofisilitas permukaan membran. Semakin kasar permukaan membran, semakin besar nilai sudut kontak.

#### **4.2.2 Uji Tarik**

Uji tarik dilakukan pada panjang membran yaitu 40 mm, diameter membran 1,15 mm, luas area efektif  $1,0387 \text{ mm}^2$ , dan kecepatan pengukuran dijalankan 10 mm/menit. Setelah memasukkan data secara manual tersebut, maka kekuatan mekanik dan perpanjangan putusnya membran kemudian dianalisis menggunakan *NEXTGEN software*. Hasil uji tarik akan mendapatkan banyak data dan analisis difokuskan pada data tegangan dan regangan pada beban maksimum. Hasil uji tarik ditunjukkan pada Gambar 4.7. yang menunjukkan hubungan antara konsentrasi PEG400, tegangan, dan regangan. Semakin besar konsentrasi PEG400, semakin besar tegangan hingga mencapai maksimal pada konsentrasi PEG400 2 gram dan menurun kembali ketika penambahan konsentrasi PEG400 3 gram dan 4 gram. Pola tegangan berbanding lurus dengan regangan. Semakin besar konsentrasi PEG400, semakin besar nilai regangan. Namun, nilai regangan ini maksimal dicapai pada konsentrasi PEG400 2 gram dan menurun kembali ketika konsentrasi PEG400 ditambah.





Gambar 4.7 Hubungan Antara Konsentrasi PEG400 dengan Tegangan dan Regangan

Hasil uji tegangan yang menunjukkan peningkatan dan kemudian menurun seiring bertambahnya konsentrasi PEG400 ini sesuai dengan hasil penelitian Sani, dkk. (2015). Hasil penelitian tersebut menunjukkan bahwa peningkatan tegangan membran akibat penambahan aditif mampu mengisi seluruh matriks polimer, sehingga dapat meningkatkan sifat mekanik membran. Namun, tegangan kemudian menurun ketika penambahan aditif PEG400 lebih dari 2 gram karena penambahan aditif yang berlebihan berfungsi sebagai konsentrator tegangan yang mengakibatkan menurunnya tegangan membran.

Pola pada hasil uji tegangan dalam penelitian ini sesuai dengan hasil penelitian Sani, dkk. (2015). Hasil penelitiannya menunjukkan bahwa kekuatan mekanik dapat dilihat dari nilai tegangan dan regangan. Penambahan 1 gram aditif mampu meningkatkan kekuatan tarik membran sebanyak 76%. Kekuatan semakin baik karena nanopartikel aditif mampu terdistribusi dengan baik ke seluruh matriks polimer. Namun, penambahan aditif yang berlebihan memberikan efek negatif, karena terjadi aglomerasi nanopartikel yang merupakan konsentrator tegangan. Begitu pula pada penelitian Ong, dkk. (2013) yang menunjukkan pola



nilai tegangan yang sama. Penambahan aditif mampu meningkatkan nilai tegangan membran dan ketika berlebihan menjadi menurun. Hasil penelitian tersebut menunjukkan bahwa peningkatan kekuatan mekanik dapat dilakukan dengan menambahkan pengisi anorganik dengan konsentrasi tertentu.

Berbanding lurus dengan hasil uji tegangan, nilai regangan akan semakin meningkat dengan penambahan PEG400 dan kembali menurun pada penambahan PEG400 lebih dari 2 gram. Menurut Rahman, dkk. (2015), peningkatan nilai regangan secara signifikan dikarenakan aditif yang ditambahkan memiliki gaya interaksi cukup kuat dengan polimer, sehingga aditif mampu berdifusi dalam rantai polimer. Difusi ini berpengaruh pada mobilitas rantai dan meningkatkan nilai tegangan. Namun, Chou, dkk. (2009) menjelaskan bahwa semakin tinggi konsentrasi aditif yang ditambahkan, semakin menurun kekuatan mekanik membran akibat terjadinya agregasi aditif.

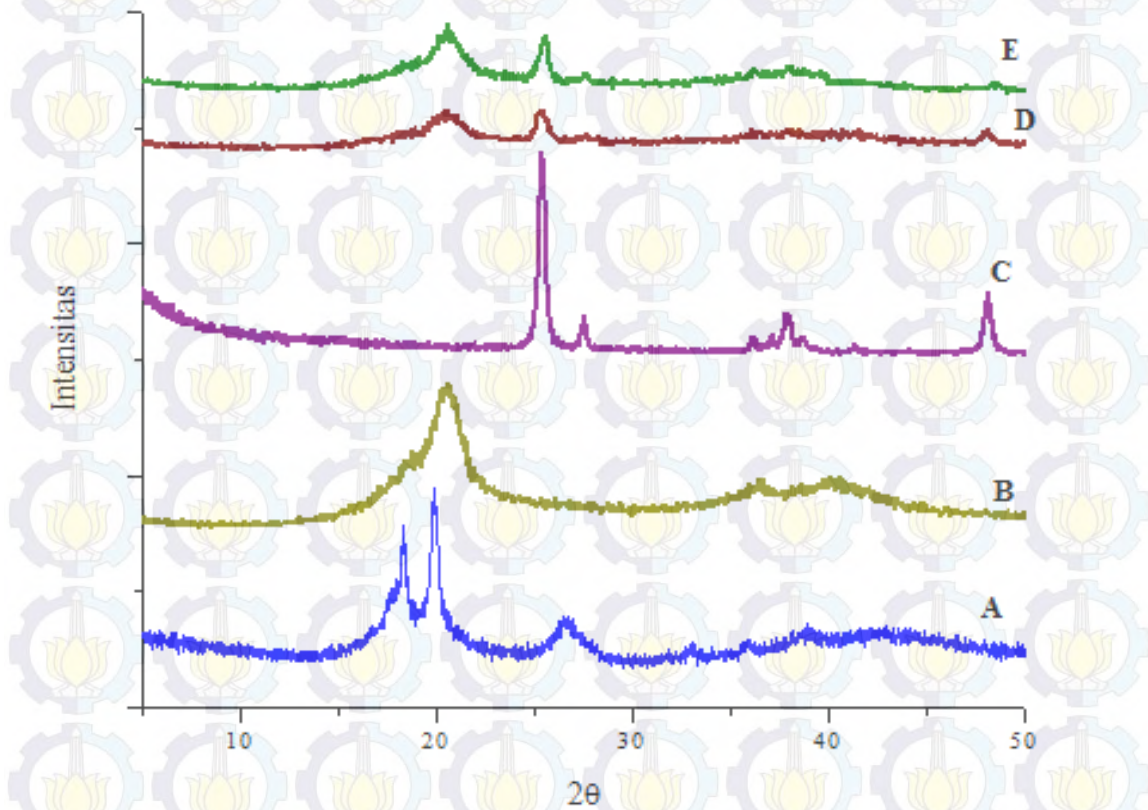
Hasil penelitian nilai regangan sama dengan hasil penelitian Chieng, dkk. (2014). Penambahan plastisitas sebagai aditif mampu meningkatkan nilai regangan hingga maksimal pada konsentrasi 7 gram berat aditif, tapi nilai regangan menurun ketika konsentrasi aditif ditambahkan. Penurunan nilai regangan disebabkan oleh pembentukan interaksi aditif yang mendominasi, sehingga struktur fase yang ada dipisahkan. Selain itu, aditif hanya sedikit yang terdistribusi di permukaan dan sisanya tersebar dalam matriks, sehingga mempengaruhi homogenitas dan menyebabkan penurunan nilai regangan. Begitu pula dengan penelitian Chou, dkk. (2009) yang menunjukkan pola peningkatan nilai regangan ketika konsentrasi aditif rendah dan menurun ketika konsentrasi aditif tinggi. Peningkatan nilai regangan karena aditif terdistribusi merata pada permukaan dan matriks membran, sedangkan penurunan disebabkan oleh agregasi aditif yang ditambahkan, akibatnya struktur terpisah. Dengan demikian, membran dengan kekuatan mekanik terbaik yaitu pada membran PVDF/PEG400-TiO<sub>2</sub> dengan konsentrasi PEG400 2 gram.

#### **4.2.3 Uji XRD (*X-Ray Diffraction*)**

Karakterisasi dengan uji XRD dilakukan untuk membandingkan antara membran PVDF/PEG400-TiO<sub>2</sub> dan membran PVDF-TiO<sub>2</sub>. Uji XRD ini juga akan



mengkonfirmasi penyusun membran yang terbentuk dari polimer PVDF dan aditif  $\text{TiO}_2$ .



Gambar 4.8 Difraktogram (A) PVDF; (B) Membran PVDF; (C)  $\text{TiO}_2$ ; (D) Membran PVDF/ $\text{TiO}_2$ ; (E) Membran PVDF/PEG400- $\text{TiO}_2$

Pola difraktogram PVDF (Gambar A) menunjukkan tiga karakteristik khas puncak pada  $2\theta = 18,3408^\circ$  [020] menunjukkan fasa  $\alpha$ -PVDF;  $19,9370^\circ$  [021] menunjukkan fasa  $\alpha$ -PVDF dengan puncak tertinggi; dan  $26,5346^\circ$  [022] menunjukkan fasa  $\gamma$ -PVDF. Ketiga puncak karakteristik tersebut menunjukkan semi kristalin PVDF (Esterly, dkk., 2002). Pola difraktogram membran PVDF (Gambar B) menunjukkan satu puncak karakteristik pada  $2\theta = 18,55331^\circ$  yang menunjukkan bahwa ketika telah menjadi membran, puncak fasa  $\alpha$ -PVDF berubah menjadi fasa  $\beta$ -PVDF yang menyebabkan sifat kristalinitas PVDF semakin kuat. Hal ini sesuai penelitian Yoon dan Kelarakis (2014) yang menunjukkan bahwa polimer PVDF memiliki sifat kristalinitas pada fasa  $\alpha$  yang akan berubah menjadi fasa  $\beta$  ketika PVDF berbentuk membran. Perubahan pada fasa  $\beta$  [200] atau  $\beta$  [110] menunjukkan kristal berbentuk ortorombik. Pola difraktogram  $\text{TiO}_2$



(Gambar C) menunjukkan dua karakteristik khas puncak pada  $2\theta = 25,4072^\circ$  [101] dan  $48,1369^\circ$  [200] menunjukkan struktur anatase (Kavei, dkk., 2011). Berdasarkan puncak karakteristik pada difraktogram  $\text{TiO}_2$ , maka dapat dibuktikan bahwa jenis  $\text{TiO}_2$  yang digunakan pada penelitian ini yaitu anatase.

Beberapa puncak karakteristik khas pada difraktogram PVDF dan  $\text{TiO}_2$  kemudian dikonfirmasi pada difraktogram membran PVDF- $\text{TiO}_2$  (Gambar D) dan membran PVDF/PEG400- $\text{TiO}_2$  (Gambar E). Pada difraktogram membran PVDF- $\text{TiO}_2$  dapat dilihat adanya 3 puncak karakteristik pada  $2\theta = 20,640^\circ$  yang mengkonfirmasi adanya PVDF, serta  $2\theta = 25,354^\circ$  dan  $48,10564^\circ$  yang mengkonfirmasi adanya  $\text{TiO}_2$  anatase. Selanjutnya difraktogram membran PVDF/PEG400- $\text{TiO}_2$  dapat dilihat bahwa tidak muncul puncak baru. Hal ini menunjukkan bahwa penambahan PEG400 pada membran tidak akan tinggal pada matriks membran, melainkan berdifusi ketika berinteraksi dengan nonpelarut yang berdampak pada lebih besarnya ukuran pori. Penguapan PEG400 dan ukuran pori lebih lanjut akan dibuktikan pada subbab selanjutnya tentang uji porositas dan uji morfologi. Puncak khas pada membran PVDF/PEG400- $\text{TiO}_2$  ada 3 puncak yaitu pada  $2\theta = 20,600^\circ$  yang mengkonfirmasi adanya PVDF, serta  $2\theta = 25,67078^\circ$  dan  $48,55030^\circ$  yang mengkonfirmasi adanya  $\text{TiO}_2$  anatase.

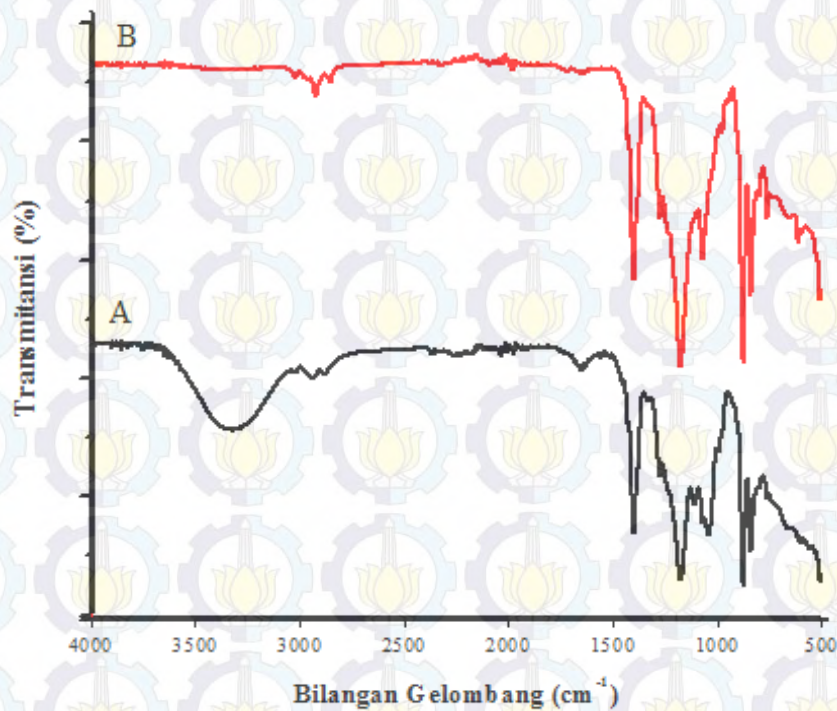
Hasil penelitian Santos, dkk. (2014) menunjukkan perbedaan difraktogram  $\text{TiO}_2$  dengan dan tanpa PEG. Difraktogram yang dihasilkan tidak memiliki perbedaan baik dari puncak dan intensitas. Hal ini membuktikan bahwa PEG tidak memiliki kontribusi dalam proses kristalisasi. Fungsi modifikasi dengan PEG hanya untuk memperluas permukaan film. Hasil difraktogram pengaruh penambahan PEG juga dapat dilihat pada penelitian Chieng, dkk. (2014) yang menunjukkan bahwa penambahan PEG tidak mempengaruhi difraktogram modifikasi. Hal ini dikarenakan PEG berdifusi menuju air sebagai nonpelarut dalam metode inversi fasa. Akibatnya, hilangnya PEG dari larutan cetak menyebabkan terbentuknya pori /pori menjadi lebih besar pada membran.

#### **4.2.4 Uji FT-IR (*Fourier Transform Infra-Red*)**

Karakterisasi dengan uji FT-IR dilakukan pada membran PVDF/PEG400- $\text{TiO}_2$  dengan konsentrasi PEG400 0 gram dan konsentrasi PEG400 2 gram. Dapat



juga diartikan bahwa karakterisasi dengan uji FT-IR ini bertujuan untuk membandingkan membran dengan dan tanpa PEG400. Karakterisasi FT-IR ini dilakukan untuk mengetahui gugus fungsi PEG400 yang ada pada membran. Spektrum IR sampel membran dengan dan tanpa PEG400 dapat dilihat pada Gambar 4.9. Interpretasi perbandingan spektrum IR dapat dilihat pada Tabel 4.3



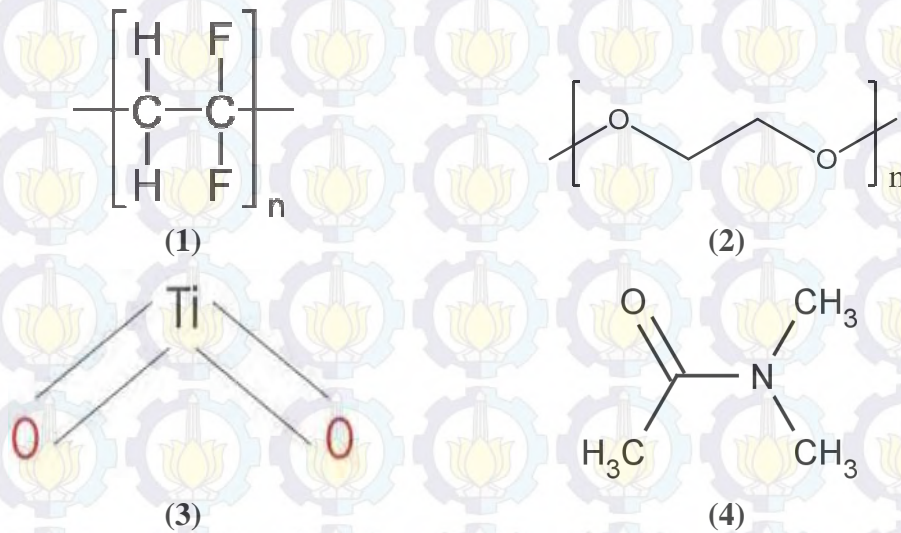
Gambar 4.9 Spektrum IR (A) Membran PVDF-TiO<sub>2</sub> dan (B) Membran PVDF/PEG400-TiO<sub>2</sub>

Tabel 4.3 Perbandingan Interpretasi Spektrum IR Membran PVDF-TiO<sub>2</sub> dan Membran PVDF/PEG400-TiO<sub>2</sub>

No	Gugus Fungsi (Coates, 2000)	Bilangan Gelombang	
		Membran PVDF-TiO <sub>2</sub>	Membran PVDF/PEG400-TiO <sub>2</sub>
1.	O – H	3324,00 cm <sup>-1</sup>	-
2.	C – H	2936,56 cm <sup>-1</sup>	2922,47 cm <sup>-1</sup>
3.	C = O	1647,85 cm <sup>-1</sup>	-
4.	O – H	1400,09 cm <sup>-1</sup>	1401,09 cm <sup>-1</sup>
5.	O – H	1274,42 cm <sup>-1</sup>	1274,76 cm <sup>-1</sup>
6.	C – O – C	1177,08 cm <sup>-1</sup>	1177,59 cm <sup>-1</sup>
7.	C – F	1111,55 cm <sup>-1</sup>	1070,60 cm <sup>-1</sup>
8.	C – N	1042,09 cm <sup>-1</sup>	-
9.	C – H	874,43 cm <sup>-1</sup>	875,07 cm <sup>-1</sup>
10.	C – H	838,94 cm <sup>-1</sup>	839,35 cm <sup>-1</sup>



Tabel 4.3 menunjukkan perbedaan antara membran PVDF/TiO<sub>2</sub> dan membran PVDF/PEG400-TiO<sub>2</sub> yaitu hilangnya gugus fungsi O – H, C = O, dan C – N. Pada Gambar 4.10, dapat dilihat bahwa gugus fungsi O – H berasal dari struktur PEG (2) dan gugus fungsi C = O dan C – N berasal dari struktur DMAc (4), bukan dari struktur PVDF (1) ataupun struktur TiO<sub>2</sub> (3).



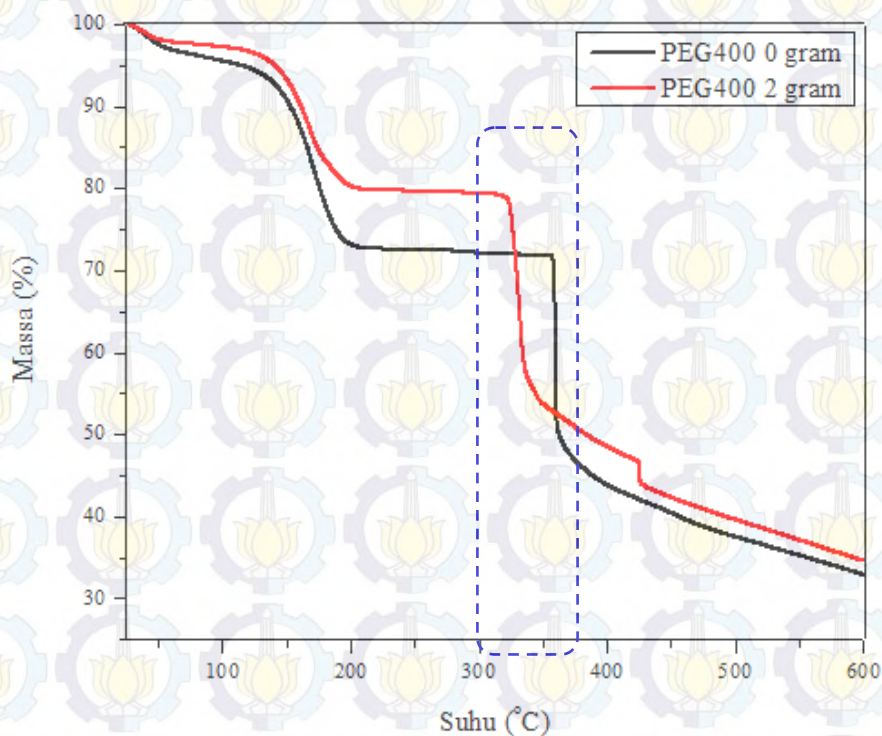
Hilangnya gugus O – H dari membran PVDF/TiO<sub>2</sub> menjadi membran PVDF/PEG400-TiO<sub>2</sub> karena penambahan PEG400 yang bersifat hidrofil menarik gugus O – H kemudian berdifusi menuju nonpelarut. Pada membran PVDF/TiO<sub>2</sub>, gugus fungsi C = O dan C = N masih ada dan hilang pada membran PVDF/PEG400-TiO<sub>2</sub>. Hilangnya kedua gugus tersebut menunjukkan bahwa pelarut DMAc juga berdifusi menuju nonpelarut. Dengan demikian, penambahan PEG400 dapat menarik gugus fungsi O – H, C = O, dan C = N pada air, aditif, dan pelarut sehingga akan berdifusi dan membentuk pori membran yang lebih besar. Dengan demikian, penambahan PEG400 akan menghilangkan gugus fungsi O – H, C = O, dan C = N sehingga mengakibatkan ukuran pori membran lebih besar. Besarnya ukuran pori membran ini selanjutnya akan dibahas lebih lanjut pada uji porositas dan uji morfologi.

#### 4.2.5 Uji DSC/TGA

Uji DSC/TGA dilakukan untuk mengukur sifat fisik dan kimia material sebagai fungsi dari suhu. Pada penelitian ini, lebih terfokus pada uji TGA karena



ingin mengetahui stabilitas termal dengan menghitung perubahan berat. Hasil analisis TGA dapat dilihat pada Gambar 4.11. yang menunjukkan termogram TGA membran PVDF/PEG400-TiO<sub>2</sub> dengan konsentrasi PEG400 0 gram dan 2 gram. Pada termogram TGA membran tersebut, pengurangan massa yang cukup signifikan dapat dilihat pada tanda biru. Termogram TGA membran PVDF-TiO<sub>2</sub> menunjukkan signifikansi pengurangan massa 1,55 mg (33%) pada suhu 360°C. Sedangkan pada termogram TGA membran PVDF/PEG400-TiO<sub>2</sub> menunjukkan signifikansi pengurangan massa 1,15 mg (23%) pada suhu 330°C. Hasil uji TGA ini menunjukkan bahwa penambahan PEG400 tidak mampu meningkatkan kekuatan stabilitas termal membran, sebaliknya berdampak pada penurunan suhu dekomposisi material membran dari 360°C menjadi 330°C. Namun penambahan PEG400 berdampak pada semakin kecilnya penurunan persen massa yang terjadi yaitu dari 33% menjadi 23%. Dengan demikian, penambahan PEG justru menurunkan sifat stabilitas termal. Menurut Barud, dkk. (2013), penurunan stabilitas termal akibat penambahan aditif disebabkan oleh terganggunya ikatan hidrogen antara rantai polimer dari matriks membran.



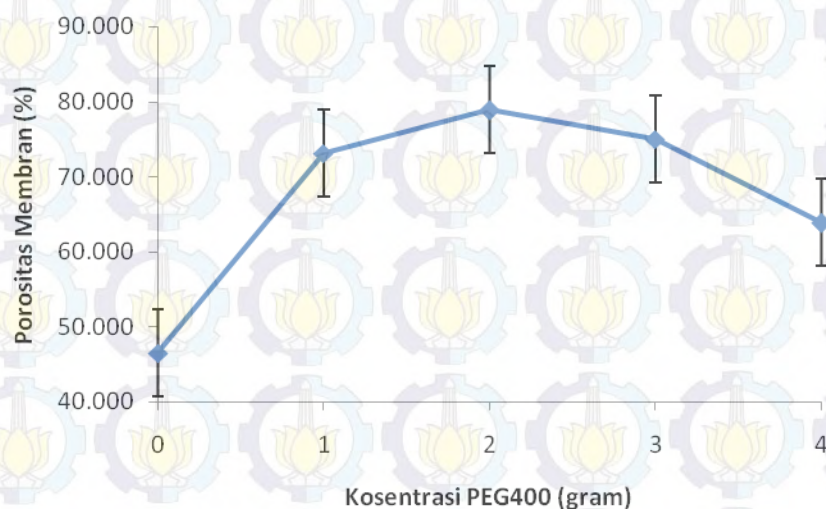
Gambar 4.10 Termogram TGA Membran PVDF-TiO<sub>2</sub> dan Membran PVDF/PEG400-TiO<sub>2</sub>



Menurut Barud, dkk. (2013), stabilitas termal membran dengan aditif menurun karena aditif mengganggu ikatan hidrogen pada rantai polimer. Perbandingan antara membran murni dengan aditif menurunkan stabilitas termal  $10^{\circ}$  pada suhu yang diamati. Sementara menurut Onggo, dkk. (2005) menjelaskan bahwa penambahan material aditif mampu menurunkan stabilitas termal karena pembentukan pori yang dihasilkan berdampak pada rusaknya keutuhan matriks polimer. Sama halnya dalam penelitian ini, PEG mampu memperbesar pori membran dan pada akhirnya PEG berdifusi ke air sebagai nonpelarut. Pori yang terbentuk merusak keutuhan matriks PVDF.

#### 4.2.6 Uji Porositas Membran

Uji porositas (*swelling*), dilakukan dengan tujuan untuk mengetahui banyaknya zat yang dapat diserap oleh membran. Uji porositas dalam penelitian ini dilakukan terhadap air. Besarnya porositas membran dihitung menggunakan rumus pada Persamaan (2.5) dan hasilnya dapat dilihat pada Gambar 4.11



Gambar 4.11 Hubungan Antara Konsentrasi PEG400 dengan Porositas Membran

Gambar 4.11 menunjukkan hasil uji porositas membran PVDF/PEG400-TiO<sub>2</sub>. Penambahan aditif PEG400 meningkatkan porositas membran, Namun penambahan aditif terlalu banyak mengakibatkan penurunan porositas membran. Li, dkk. (2014) menjelaskan bahwa semakin bertambahnya konsentrasi PEG400 yang ditambahkan menyebabkan porositas membran meningkat secara signifikan.



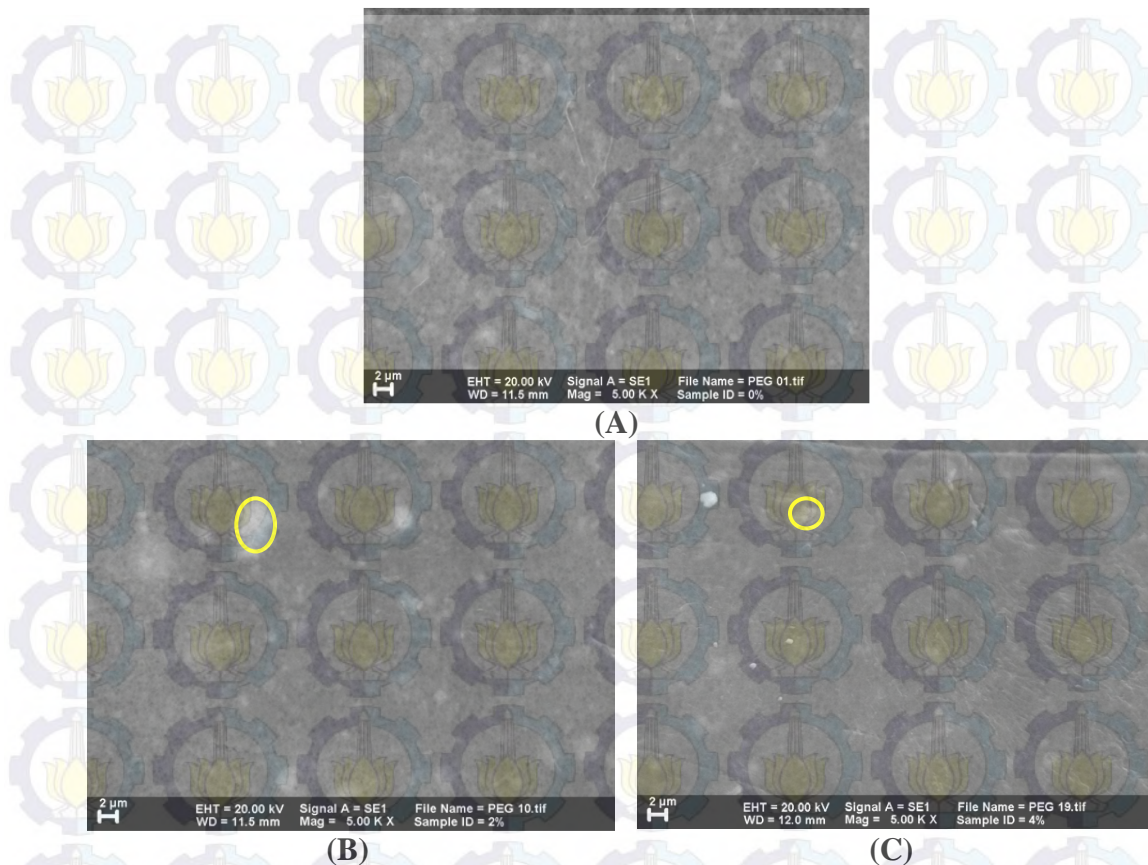
Namun ketika penambahan PEG400 diteruskan, maka pemisahan fase PEG400 pada membran mengalami keterlambatan sehingga mengakibatkan porositas menjadi lebih rendah. Dengan demikian, porositas yang paling baik yaitu pada membran PVDF/PEG400-TiO<sub>2</sub> dengan konsentrasi PEG400 2 gram, yaitu 78,863%.

Hasil porositas membran ini sesuai dengan penelitian Ong, dkk. (2013) yang menunjukkan bahwa peningkatan porositas dengan penambahan aditif hingga 2 gram dan ketika penambahan diteruskan mengakibatkan penurunan porositas. Peningkatan porositas karena penambahan aditif mampu memperbesar pori yang terbentuk, sehingga porositas meningkat. Namun, jika konsentrasi aditif lebih tinggi lagi maka aditif akan teraglomerasi, sehingga memperkecil pori yang sudah terbentuk. Begitu pula penelitian Li, dkk. (2014) yang menunjukkan pola porositas membran sama. Penambahan aditif pada konsentrasi rendah akan mampu memperbesar porositas karena aditif dapat berdifusi sempurna dan membentuk pori lebih besar. Namun ketika penambahan aditif pada konsentrasi tinggi, aditif akan teraglomerasi dan menyebabkan aditif tidak berdifusi sempurna sehingga ukuran pori menjadi lebih kecil. Pembahasan porositas membran ini dapat ditunjukkan pada morfologi membran yang terbentuk.

#### **4.2.7 Uji Morfologi Membran**

Karakterisasi untuk mengetahui morfologi membran dilakukan menggunakan alat SEM-EDX (*Scanning Electron Microscopy with Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy*). Uji morfologi membran pertama kali untuk melihat morfologi pada permukaan dan penampang lintang membran PVDF/PEG400-TiO<sub>2</sub>. Gambar 4.13. menunjukkan morfologi permukaan membran PVDF/PEG400-TiO<sub>2</sub> pada konsentrasi PEG400 0 gram (A), 2 gram (B), dan 4 gram (C).





Gambar 4.12 Hasil SEM Morfologi Permukaan Membran PVDF/PEG400-TiO<sub>2</sub> (A). Konsentrasi PEG400 0 gram; (B). Konsentrasi PEG400 2 gram; dan (C). Konsentrasi PEG400 4 gram

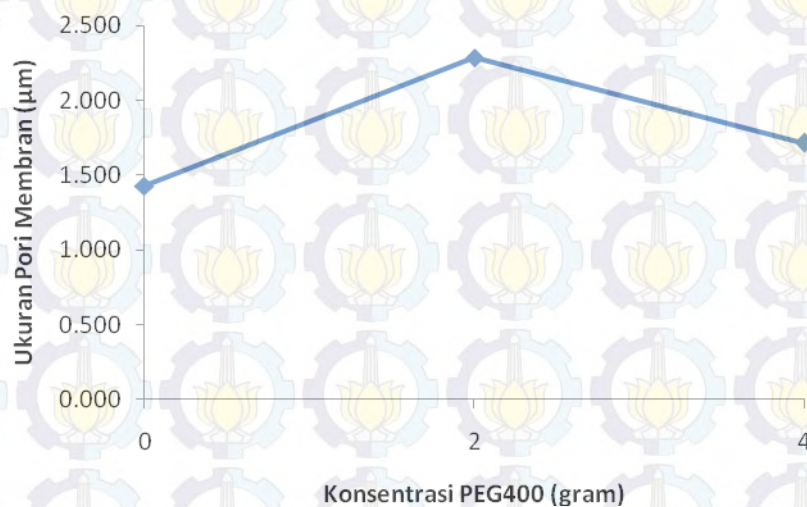
Pada permukaan membran dengan konsentrasi PEG400 0 gram, dapat dilihat bahwa terbentuknya pori dengan ukuran pori sangat kecil bahkan hampir tidak terlihat. Namun pada permukaan membran dengan konsentrasi PEG400 2 gram, ukuran pori terlihat lebih besar dibandingkan pada konsentrasi PEG400 0 gram. Namun, ketika penambahan PEG400 dengan konsentrasi 4 gram, ukuran pori membran PVDF/PEG400-TiO<sub>2</sub> menjadi lebih kecil. Pori membran yang terjadi juga terlihat tidak simetris pada permukaan membran dengan konsentrasi PEG400 yang sama.

Hasil uji SEM pada permukaan membran dapat dibandingkan dengan penelitian Ong, dkk. (2013) yang menyatakan bahwa morfologi pada permukaan membran terlihat seperti struktur jari. Pori membran yang terbentuk ditunjukkan dengan bercak putih yang menyebar hampir di seluruh permukaan dan besarnya tidak sama, disebut asimetrik. Penelitian Zhang, dkk. (2014) juga menunjukkan



bahwa permukaan morfologi membran terlihat seperti struktur jari dan pori membran terlihat. Pori pada permukaan membran komposit terjadi karena dispersi antara partikel aditif dan partikel polimer.

Gambar 4.14. menunjukkan ukuran pori membran PVDF/PEG400-TiO<sub>2</sub> dengan berbagai konsentrasi PEG400. Konsentrasi PEG400 0 gram memiliki ukuran pori paling kecil, kemudian meningkat ketika ditambahkan PEG400 sebanyak 2 gram. Namun pada penambahan PEG400 sebanyak 4 gram, ukuran pori membran kembali menurun. Besarnya ukuran pori membran ini selaras dengan pembahasan sebelumnya pada porositas membran. Ukuran pori membran ini menunjukkan lebih jelas tentang peningkatan dan penurunan porositas membran. Dengan demikian, ukuran pori paling besar yaitu pada membran PVDF/PEG400-TiO<sub>2</sub> dengan konsentrasi PEG400 2 gram yaitu sebesar 2,286  $\mu\text{m}$ . Hasil pengukuran ukuran pori membran ditunjukkan pada Gambar 4.13



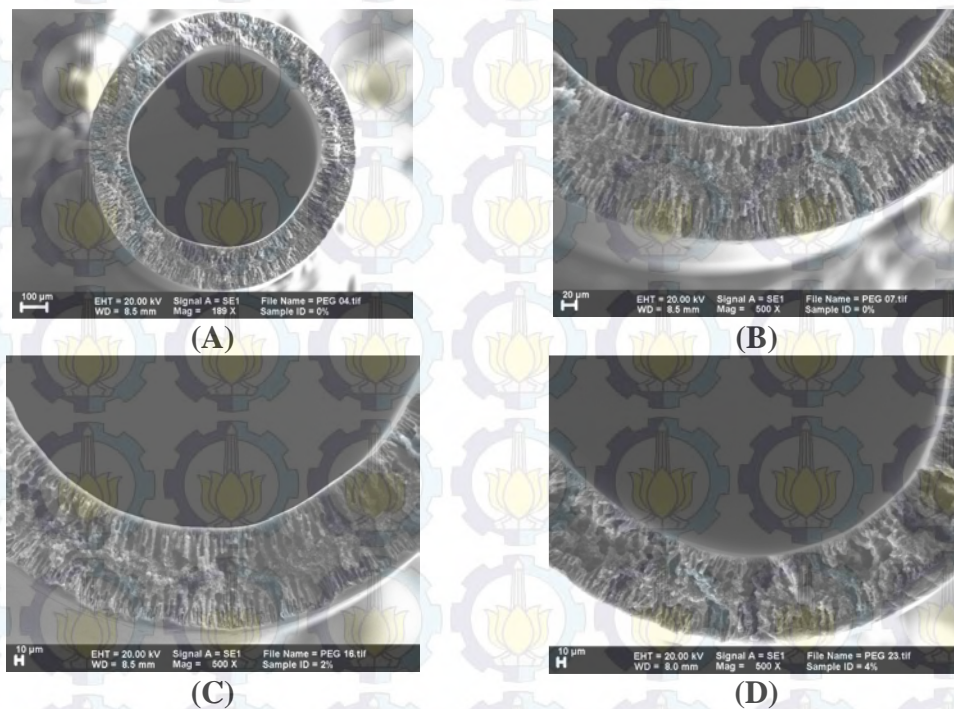
Gambar 4.13 Hubungan Antara Konsentrasi PEG400 dengan Ukuran Pori Membran

Ukuran pori membran pada hasil uji SEM di permukaan membran ini memiliki pola yang sama jika dibandingkan dengan penelitian Ong, dkk. (2013). Hasil penelitiannya menunjukkan bahwa penambahan aditif mampu meningkatkan ukuran pori hingga maksimal pada konsentrasi aditif 2% dan penambahan setelahnya menurunkan ukuran pori. Hal ini dikarenakan adanya aglomerasi aditif sehingga mengisi pori membran. Sama halnya dengan penelitian



Song, dkk. (2012) yang menyebutkan bahwa peningkatan ukuran pori membran karena penambahan aditif dalam batas optimal, jika penambahan dilanjutkan maka partikel aditif akan beragregasi dan mengisi pori yang terbentuk sehingga ukuran pori mengecil.

Pembahasan morfologi membran bukan hanya pada permukaan, namun juga pada penampang lintang. Gambar 4.14 berikut menunjukkan morfologi penampang lintang membran PVDF/PEG400-TiO<sub>2</sub> serat berongga.



Gambar 4.14 Hasil SEM Penampang Lintang Membran Serat Berongga PVDF/PEG400-TiO<sub>2</sub> (Keterangan: (A) Secara utuh; (B) Konsentrasi PEG400 0 gram; (C) Konsentrasi PEG400 2 gram; dan (D) Konsentrasi PEG400 4 gram)

Pengambilan morfologi membran serat berongga penampang lintang diawali dengan preparasi pemotongan membran menggunakan nitrogen cair. Gambar (A) menunjukkan penampang lintang membran serat berongga PVDF/PEG400-TiO<sub>2</sub> secara utuh. Morfologi penampang lintang tersebut menunjukkan bahwa membran serat berongga PVDF/PEG400-TiO<sub>2</sub> berbentuk seperti lingkaran yang memiliki lingkaran lagi di dalamnya. Terbentuknya permukaan dengan lingkaran internal dan eksternal membran serat berongga ini karena adanya dua koagulan yang bekerja secara bersamaan. Menurut Ahmad



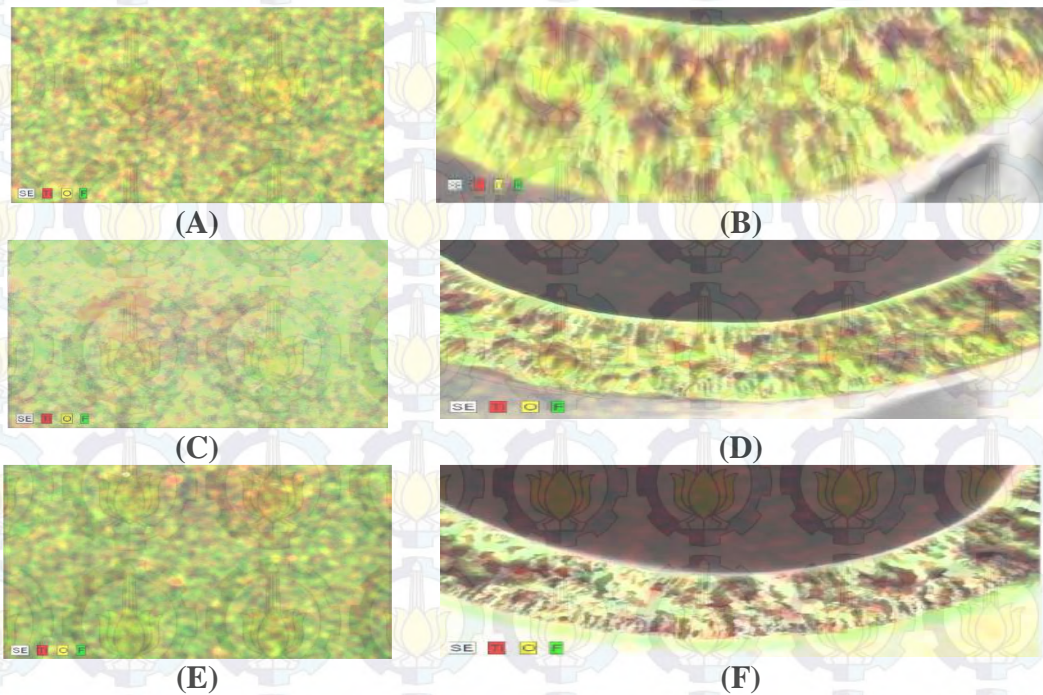
(2014), koagulan pertama yang bekerja lebih dahulu yaitu bagian tengah, perlu diingat larutan *bore* saat proses *spinning* yang diperlukan untuk menjaga lingkaran internal membran serat berongga terbentuk. Terjadinya lingkaran internal ini dikarenakan adanya koagulan tengah, yaitu air, yang mendorong larutan polimer dengan tekanan sama ke semua arah untuk menghasilkan rongga pada bagian tengah membran. Permukaan lingkaran internal atau rongga membran terlihat tidak bergelombang karena homogenitas larutan cetak yang dibuat. Koagulan kedua bekerja kemudian pada bagian luar setelah membran serat berongga keluar dari spinneret dan berinteraksi dengan koagulan dalam bak koagulasi. Bekerjanya koagulan kedua ini menunjukkan adanya waktu untuk evaporasi beberapa detik pada membran sebelum masuk dalam bak koagulasi. Pada koagulan kedua, sisa pelarut dan aditif PEG400 pada membran akan berdifusi ke nonpelarut.

Gambar (B), (C), dan (D) merupakan perbesaran dari Gambar (A). Hasil SEM penampang lintang mampu menunjukkan besarnya makrofoid yang dihasilkan membran tersebar cukup merata di seluruh bagian membran. Makrofoid yang terbentuk tidak selalu sama antara satu dengan lainnya, melainkan membentuk asimetri. Makrofoid pada membran PVDF/PEG400-TiO<sub>2</sub> dengan konsentrasi PEG400 0 gram memiliki ukuran lebih kecil dibandingkan makrofoid pada membran dengan konsentrasi PEG400 2 gram. Namun pada makrofoid membran PVDF/PEG400-TiO<sub>2</sub> dengan konsentrasi PEG400 4 gram, dapat dilihat bahwa makrofoid yang terbentuk tidak seberapa jelas karena terdapat beberapa tumpukan partikel yang tidak beraturan. Tumpukan partikel inilah yang disebut dengan aglomerasi PEG400 karena penambahan aditif partikel PEG400 terlalu banyak sehingga teraglomerasi atau berkumpul di beberapa titik. Secara keseluruhan dari hasil SEM pada permukaan dan penampang lintang membran PVDF/PEG400-TiO<sub>2</sub> menunjukkan bahwa membran yang optimum dan akan memiliki kinerja terbaik yaitu pada membran dengan konsentrasi PEG400 2 gram.

Hasil SEM untuk permukaan dan penampang lintang membran PVDF/PEG400-TiO<sub>2</sub> dapat menunjukkan morfologi membran saja. Untuk mengetahui distribusi partikel yang ada pada membran PVDF/PEG400-TiO<sub>2</sub>,



dilakukan EDX. Gambar 4.15 berikut merupakan hasil EDX dari membran PVDF/PEG400-TiO<sub>2</sub> pada permukaan dan penampang lintang.

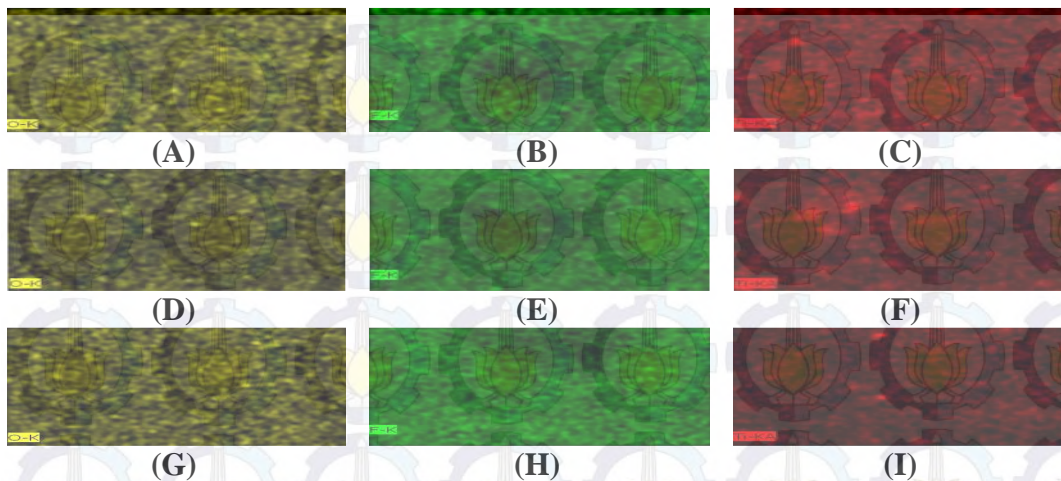


Gambar 4.15 Hasil EDX Membran PVDF/PEG400-TiO<sub>2</sub> pada (A) Permukaan dan (B) Penampang Lintang Konsentrasi PEG400 0 gram; (C) Permukaan dan (D) Penampang Lintang Konsentrasi PEG400 2 gram; (E) Permukaan dan (F) Penampang Lintang Konsentrasi PEG400 4 gram

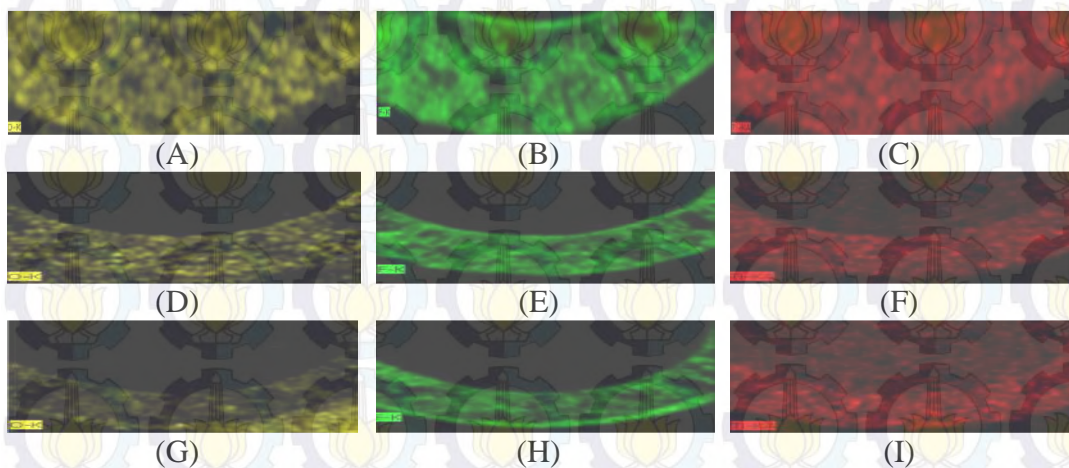
Gambar 4.15 yang merupakan hasil EDX membran PVDF/PEG400-TiO<sub>2</sub> yang membuktikan bahwa unsur Ti, O, dan F tersebar merata di seluruh permukaan dan penampang lintang membran PVDF/PEG400-TiO<sub>2</sub>. Ketersebaran yang merata tersebut membuktikan bahwa larutan cetak yang dibuat untuk preparasi membran PVDF/PEG400-TiO<sub>2</sub> homogen membentuk koloid dengan sempurna.

Terdistribusinya unsur O, F, dan Ti pada permukaan dan penampang lintang membran PVDF/PEG400-TiO<sub>2</sub> dapat dilihat dari hasil EDX pada Gambar 4.16 dan Gambar 4.17





Gambar 4.16 Hasil Uji EDX pada Permukaan Membran PVDF/PEG400-TiO<sub>2</sub> (A) Unsur O; (B) Unsur Ti; (C) Unsur F pada Membran Konsentrasi PEG400 0 gram; (D) Unsur O; (E) Unsur Ti; (F) Unsur F pada Membran Konsentrasi PEG400 2 gram; dan (G) Unsur O; (H) Unsur Ti; (I) Unsur F pada Membran Konsentrasi PEG400 4 gram



Gambar 4.17 Hasil Uji EDX pada Penampang Lintang Membran PVDF/PEG400-TiO<sub>2</sub> (A) Unsur O; (B) Unsur Ti; (C) Unsur F pada Membran Konsentrasi PEG400 0 gram; (D) Unsur O; (E) Unsur Ti; (F) Unsur F pada Membran Konsentrasi PEG400 2 gram; dan (G) Unsur O; (H) Unsur Ti; (I) Unsur F pada Membran Konsentrasi PEG400 4 gram

Pada permukaan dan penampang lintang membran PVDF/PEG400-TiO<sub>2</sub> hasil uji EDX di Gambar 4.16 dan Gambar 4.17 di atas dapat dilihat bahwa ketiga unsur penyusun membran menyebar merata. Unsur O ditunjukkan dengan warna kuning, unsur F ditunjukkan dengan warna hijau, dan unsur Ti ditunjukkan dengan warna merah. Jika dilihat masing-masing unsur pada seluruh permukaan dan penampang



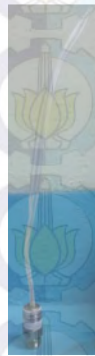
lintang membran, dapat dilihat bahwa unsur O, F, dan Ti menyebar merata hampir di semua bagian. Penyebaran merata ketiga unsur ini menunjukkan bahwa larutan cetak yang digunakan untuk preparasi membran homogen sempurna membentuk koloid.

#### 4.1 Aplikasi Membran PVDF/PEG400-TiO<sub>2</sub>

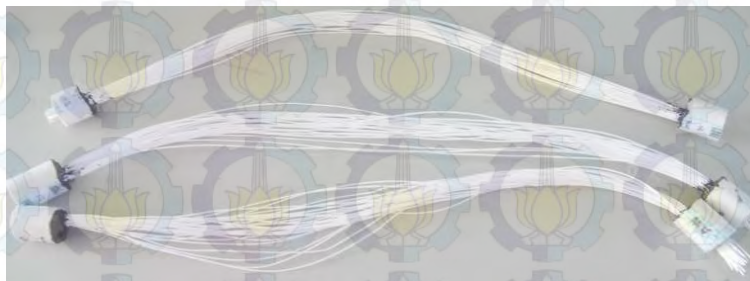
Aplikasi membran PVDF/PEG400-TiO<sub>2</sub> dalam penelitian ini akan digunakan untuk uji fluks, rejeksi, dan degradasi fotokatalitik limbah sintetik air-minyak.

##### 4.3.1 Fluks dan Rejeksi Membran PVDF/PEG400-TiO<sub>2</sub>

Sebelum diaplikasikan untuk pemisahan limbah sintetik air-minyak, membran serat berongga PVDF/PEG400-TiO<sub>2</sub> terlebih dahulu dibuat modul. Pembuatan modul dilakukan dengan merekatkan sejumlah membran pada pipa PVC menggunakan epoksi resin. Modul membran yang siap digunakan untuk aplikasi dapat dilihat pada Gambar 4.18



(A)



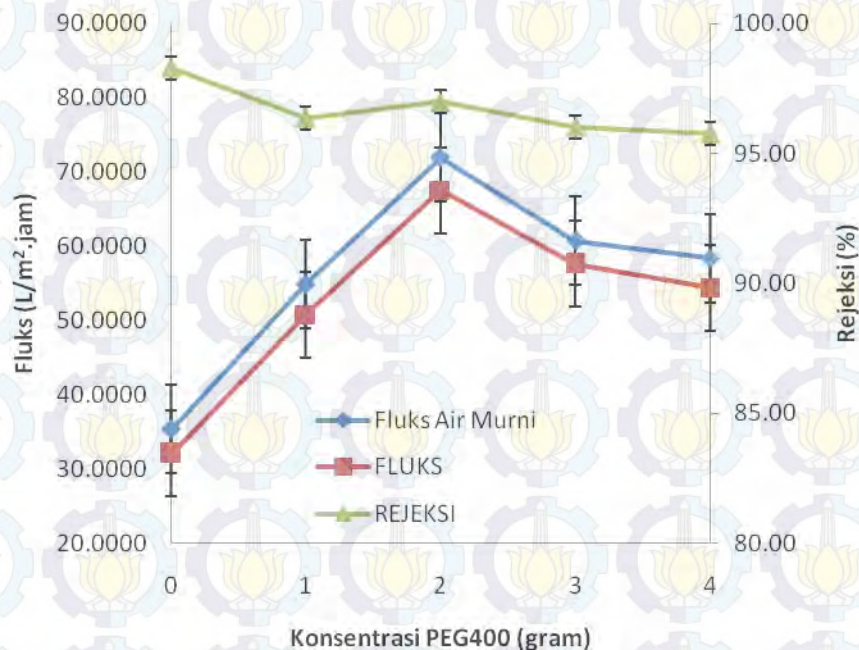
(B)

Gambar 4.18 Modul Membran (A) Untuk Fluks Air Murni dan (B) Untuk Aplikasi Pemisahan Limbah Sintetik Air-Minyak

Modul membran kemudian dikeringkan dalam suhu ruang selama 24 jam untuk memastikan bahwa epoksi resin sudah kering. Selanjutnya modul membran direndam di dalam air untuk mengetahui kebocoran modul, karena dalam aplikasi membran tidak diperkenankan menggunakan modul membran yang bocor.



Hasil uji fluks dan rejeksi dibagi menjadi dua. Pertama untuk variasi konsentrasi PEG400 yang akan diperoleh membran dengan kinerja optimum. Kedua untuk variasi konsentrasi limbah sintetik air-minyak dengan menggunakan konsentrasi PEG400 pada membran yang memiliki kinerja optimum. Hasil uji fluks dan rejeksi untuk variasi konsentrasi PEG400 dapat dilihat pada Gambar 4.19



Gambar 4.19 Hubungan Antara Konsentrasi PEG400 dengan Nilai Fluks dan Rejeksi Membran PVDF/PEG400-TiO<sub>2</sub>

Pada Gambar 4.19 dapat dilihat hubungan antara konsentrasi PEG400 dengan fluks dan rejeksi. Pada nilai fluks, penambahan aditif PEG400 mampu meningkatkan nilai fluks sampai maksimal pada konsentrasi PEG400 2 gram kemudian menurun lagi seiring bertambahnya konsentrasi PEG400. Pola hubungan antara konsentrasi PEG400 dengan fluks berbeda pada awalnya dengan penambahan PEG400, maka fluks meningkat. Namun setelah penambahan PEG400 ditambah konsentrasinya, fluks menjadi menurun. Sedangkan untuk rejeksi, dari awal relatif lebih tinggi dan seterusnya menurun. Pola ini berhubungan dengan porositas membran dan ukuran pori yang telah dibahas sebelumnya, yaitu menjelaskan bahwa penambahan PEG400 mampu memperbesar ukuran pori. Namun penambahan lebih lanjut justru akan menurunkan ukuran pori karena terjadi aglomerasi.



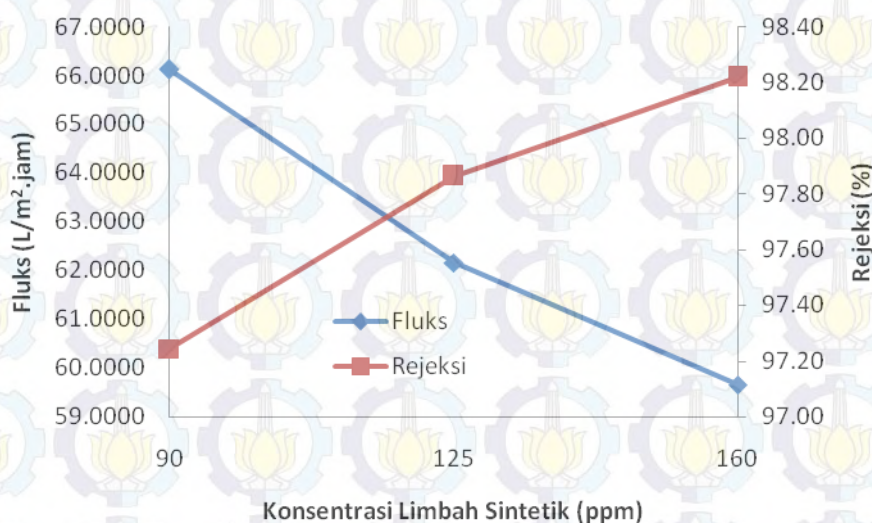
Grafik yang berwarna biru merupakan grafik fluks air murni, posisinya lebih tinggi dibandingkan grafik yang berwarna merah atau grafik fluks limbah sintetik air-minyak. Grafik fluks air murni lebih tinggi karena air murni tidak memiliki konsentrasi minyak sehingga dapat menghasilkan nilai fluks yang lebih tinggi. Hasil ini sesuai dengan hasil penelitian Ong, dkk. (2013) yang menyebutkan bahwa fluks air murni membran PVDF/PVP-TiO<sub>2</sub> sebesar 76 L/m<sup>2</sup>.jam dan fluks pada pemisahan limbah sintetik air minyak sebesar 72 L/m<sup>2</sup>.jam. Lebih rendahnya nilai fluks limbah sintetik air-minyak karena molekul minyak dalam larutan umpan akan terakumulasi pada permukaan membran sehingga akan mempengaruhi penurunan nilai fluks. Begitu pula dengan penelitian Damodar, dkk. (2009) yang menyebutkan bahwa nilai fluks air murni lebih besar dibandingkan nilai fluks pewarna. Hal ini dikarenakan material organik yang ada dalam zat pewarna dengan bertambahnya waktu akan menyumbat pori membran sehingga nilai fluks yang dihasilkan menjadi lebih kecil jika dibandingkan dengan air murni.

Nilai koefisien rejeksi berbanding terbalik dengan nilai fluks. Semakin besar nilai fluks maka semakin kecil nilai rejeksi. Pada penelitian ini, untuk hasil nilai fluks air murni dan fluks limbah sintetik air-minyak ditunjukkan bahwa nilai fluks pada membran dengan penambahan PEG400 menghasilkan nilai fluks yang lebih besar dan koefisien rejeksi yang lebih kecil. Hasil ini dapat dibandingkan dengan penelitian Ong, dkk. (2013) yang menunjukkan bahwa nilai fluks membran dengan penambahan aditif lebih besar dan menghasilkan koefisien rejeksi sedikit lebih kecil. Koefisien rejeksi sedikit lebih kecil dikarenakan lebih banyaknya larutan permeat yang dihasilkan dari pori membran yang tertutup oleh partikel minyak, sehingga ada partikel minyak yang ikut terbawa pada larutan permeat dan berakibat pada menurunnya koefisien rejeksi. Sama dengan penelitian Zhang, dkk. (2014) yang menunjukkan bahwa dengan penambahan aditif mampu meningkatkan nilai fluks Namun menurunkan koefisien rejeksi. Pembahasan peningkatan dan penurunan ini kembali lagi pada porositas membran yang telah dibahas sebelumnya, karena nilai fluks dan rejeksi membran tergantung pada pori membran. Pori yang tertutup partikel minyak akan menghasilkan nilai fluks yang lebih rendah dan koefisien rejeksi yang lebih tinggi.



Hasil kinerja membran PVDF/PEG400-TiO<sub>2</sub> yang dilihat dari nilai fluks dan koefisien rejeksi menunjukkan bahwa kinerja optimum pada membran dengan konsentrasi PEG400 2 gram. Fluks air murni yang dihasilkan mencapai 71,94 L/m<sup>2</sup>.jam; nilai fluks limbah sintetik yang dihasilkan sebesar 67,52 L/m<sup>2</sup>.jam; dan koefisien rejeksi 96,99 %. Ketiga parameter kinerja membran dengan PEG400 tersebut lebih unggul dibandingkan dengan kinerja membran tanpa PEG400. Dengan demikian, dapat dibuktikan bahwa penambahan PEG400 mampu memperbesar ukuran pori membran sehingga nilai fluks yang dihasilkan lebih besar dan berdampak pada menurunnya koefisien rejeksi.

Membran PVDF/PEG400-TiO<sub>2</sub> dengan konsentrasi PEG400 memiliki kinerja yang paling optimal dibandingkan lainnya. Landasan ini kemudian digunakan untuk penelitian lebih lanjut untuk mengetahui besaran nilai fluks dan koefisien rejeksi pada variasi konsentrasi limbah sintetik air-minyak. Hasil uji fluks dan rejeksi membran konsentrasi PEG400 2 gram pada variasi konsentrasi limbah sintetik air-minyak dapat dilihat pada Gambar 4.20



Gambar 4.20 Hubungan Antara Variasi Konsentrasi Limbah Sintetik Air-Minyak dengan Fluks dan Rejeksi Membran

Pada Gambar 4.20 ditunjukkan hubungan antara variasi konsentrasi limbah sintetik dengan kinerja membran, fluks dan rejeksi. Semakin besar konsentrasi limbah sintetik maka semakin kecil fluks yang dihasilkan Namun semakin besar koefisien rejeksinya. Kecilnya nilai fluks dan semakin besarnya nilai rejeksi ini



karena semakin besar konsentrasi limbah sintetik air-minyak, maka akan semakin banyak pula partikel minyak yang terdapat di dalamnya.

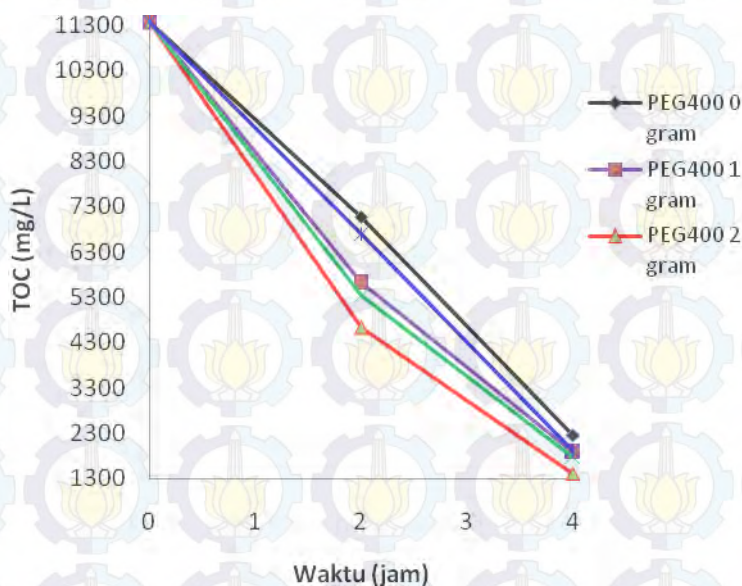
Semakin kecilnya nilai fluks dan semakin besarnya koefisien rejeksi ini sama dengan hasil penelitian Ong, dkk. (2013) menyebutkan bahwa penurunan nilai fluks seiring dengan peningkatan konsentrasi limbah sintetik air-minyak karena pembentukan ketebalan lapisan minyak pada permukaan luar membran semakin tebal sehingga meningkatkan resistansi ketahanan transport air. Semakin tinggi konsentrasi limbah sintetik air-minyak maka akan semakin tebal lapisan minyak yang menyumbat pori sehingga menghasilkan nilai fluks yang semakin kecil. Namun koefisien rejeksi yang didapatkan semakin besar karena partikel minyak pada larutan umpan juga berbeda, sehingga menghasilkan koefisien rejeksi yang berbeda pula. Penelitian lain yang hasilnya sama yaitu Shu, dkk. (2006) bahwa semakin meningkatnya konsentrasi larutan umpan akan menghasilkan fluks yang semakin menurun dan rejeksi yang semakin meningkat. Penurunan dan peningkatan ini karena (1) Pada konsentrasi larutan umpan rendah, maka polimer dengan berat molekul tinggi akan susah terbentuk dan strukturnya akan relatif lebih lebar karena difusi yang semakin lambat pada antarmuka polimer; (2) Pada konsentrasi larutan umpan yang lebih tinggi, maka difusi pada fase organik lebih mudah dan polimer dengan berat molekul tinggi akan mudah terbentuk sehingga strukturnya lebih homogen dan padat; dan (3) Ketebalan pada lapisan atas komposit membran akan meningkat bersamaan dengan meningkatnya konsentrasi larutan umpan.

Kinerja membran PVDF/PEG400-TiO<sub>2</sub> pada variasi konsentrasi limbah sintetik air-minyak menunjukkan kinerja yang baik. Nilai fluks yang dihasilkan relatif lebih besar dibandingkan dengan nilai fluks membran tanpa PEG400, meskipun koefisien rejeksi membran yang dihasilkan lebih kecil. Namun koefisien rejeksi yang dihasilkan masih di atas 95% sehingga masih dapat dikatakan baik. Variasi konsentrasi 90 – 160 ppm merupakan rentang konsentrasi limbah pencucian kendaraan bermotor. Besarnya konsentrasi larutan permeat pada ketiga variasi konsentrasi menunjukkan nilai yang lebih kecil dari 5 ppm, sehingga larutan permeat dapat dibuang secara langsung.



#### 4.3.2 Aktivitas Fotokatalitik Membran PVDF/PEG400-TiO<sub>2</sub>

Aktivitas fotokatalitik membran diuji dengan pengukuran kandungan TOC (*Total Organic Carbon*) dalam larutan umpan dan larutan permeat yang dihasilkan. Menurut Jenie dan Rahayu (2007), TOC atau karbon organik total adalah pengukuran bahan yang memiliki sifat organik secara keseluruhan. Pengukuran TOC dilakukan dengan mengkonversi karbon organik dalam air limbah secara oksidasi katalitik pada suhu tinggi menjadi karbondioksida. Berdasarkan penelitian Ong, dkk. (2013), aktivitas fotokatalitik membran PVDF/PEG400-TiO<sub>2</sub> dengan bantuan sinar UV memiliki waktu pemakaian yang lebih lama dibandingkan tanpa sinar UV. Tanpa menggunakan sinar UV, aktivitas fotokatalitik membran hanya dapat berjalan 1 jam dan selebihnya konstan. Namun jika menggunakan sinar UV, aktivitas fotokatalitik membran dapat berjalan 4 jam dan selebihnya cenderung konstan. Adapun hasil aktivitas fotokatalitik dapat dilihat pada Gambar 4.21



Gambar 4.21 Hubungan Antara Waktu dan Kandungan TOC

Pada Gambar 4.21 dapat dilihat aktivitas fotokatalitik membran PVDF/PEG400-TiO<sub>2</sub> pada variasi konsentrasi PEG400. Semua membran menunjukkan aktivitas fotokatalitik yang cukup baik dengan penurunan kandungan TOC pada larutan permeat, Namun aktivitas fotokatalitik membran



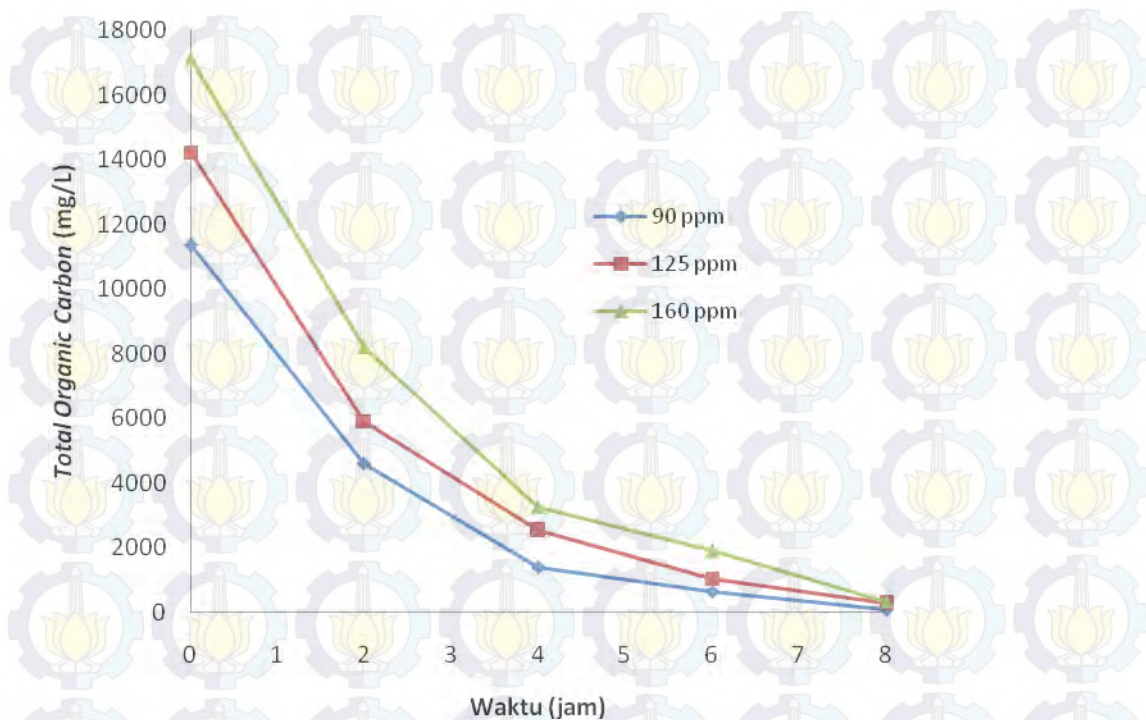
dengan konsentrasi PEG400 2 gram lebih signifikan dibandingkan dengan yang lainnya. Aktivitas fotokatalitik membran konsentrasi PEG400 2 gram ini dapat terjadi dikarenakan pori membran yang paling besar serta kinerja fluks dan rejeksi paling optimal, seperti sudah dibahas pada subbab sebelumnya.

Hasil penelitian Prince, dkk. (2014) menyatakan bahwa rejeksi TOC yang lebih signifikan dapat disebabkan karena hidrofisilitas dan permukaan membran yang memiliki banyak muatan negatif. Permukaan membran yang bermuatan negatif mampu mencegah pengendapan partikel koloid yang bermuatan negatif karena memiliki tolakan elektrostatis yang mampu memperlambat terjadinya penyumbatan membran. Hasil ini juga menunjukkan bahwa penyumbatan dapat diperlambat dengan meningkatkan kepadatan permukaan negatif membran. Begitu pula dengan penelitian Ong, dkk. (2014) yang menyebutkan bahwa degradasi TOC meningkat ketika penambahan aditif dari 1 – 2% sehingga meningkatkan hidrofisilitas fotoinduksi permukaan membran katalis terhadap sinar UV. Elektron fotoinduksi yang dihasilkan selama penyinaran UV menghasilkan sejumlah  $\text{-OH}$  radikal karena disosiasi molekul air melalui kekosongan oksigen. Namun, penambahan aditif lebih lanjut akan merugikan karena aditif akan teraglomerasi sehingga adsorpsi sinar UV tidak efisien dan berdampak pada menurunnya aktivitas fotokatalitik dan radikal  $\text{-OH}$  yang dihasilkan pada permukaan.

Aktivitas fotokatalitik yang optimal pada membran dengan konsentrasi PEG400 2 gram. Membran optimal ini sudah dibuktikan dengan nilai sudut kontak paling rendah, porositas membran paling tinggi, ukuran pori membran paling tinggi, serta kinerja fluks dan rejeksi yang optimal. Membran dengan kinerja optimal ini selanjutnya akan diuji aktivitas fotokatalitiknya pada variasi konsentrasi limbah sintetik air-minyak yang hasilnya ditunjukkan pada Gambar

4.22





Gambar 4.22 Hubungan Antara Waktu dan TOC pada Variasi Konsentrasi Limbah Sintetik Air-Minyak

Aktivitas fotokatalitik pada variasi konsentrasi limbah sintetik air-minyak hasil penelitiannya ditunjukkan pada Gambar 4.22. di atas. Dapat dilihat bahwa aktivitas fotokatalitik membran cukup signifikan pada 4 jam pertama dan cenderung stabil pada waktu selanjutnya. Kecenderungan stabilnya aktivitas fotokatalitik membran ini dikarenakan sudah tidak efektifnya adsorpsi sinar UV oleh membran. Menurut Lu, dkk. (2013), penurunan signifikan kandungan TOC terjadi hingga menit ke-160. Walaupun aktivitas fotokatalitik dilanjutkan hingga 16 jam, kandungan TOC dalam larutan permeat tidak dapat habis sehingga menurunkan efisiensi aplikasi membran. Pengurangan kandungan TOC tidak dapat sampai pada titik 0 karena kemungkinan TOC sisa yang ada setelah 3 jam akan tinggal pada larutan permeat dan tidak dapat didegradasi karena sinar UV tidak dapat diserap lagi oleh membran fotokatalitik.

Hasil penelitian aktivitas fotokatalitik membran ini sama dengan penelitian Lee dan Hamid (2015) yang menunjukkan bahwa fotokatalis ZnO mampu mendegradasi TOC pada larutan umpan dengan maksimal selama 1 jam, setelah itu cenderung stabil. Kestabilan ini karena fotokatalis ZnO tidak lagi mampu



menyerap sinar UV dengan optimal sehingga setelah 1 jam tidak ada lagi aktivitas fotokatalitik yang ditunjukkan. Begitu pula dengan penelitian Luan, dkk. (2014) yang hasil penelitiannya menunjukkan bahwa fotokatalis  $\text{ZnBiSO}_4$  mengalami degradasi TOC 100% pada menit ke 270 dan stabil setelahnya. Selama proses degradasi berlangsung, partikel organik dalam larutan umpan akan dikonversi menjadi partikel organik yang lebih kecil dan dimineralisasi menjadi produk anorganik, seperti  $\text{CO}_2$  dan air. Kandungan karbondioksida selanjutnya akan meningkat seiring dengan bertambahnya waktu ketika partikel organik didegradasi oleh fotokatalis.

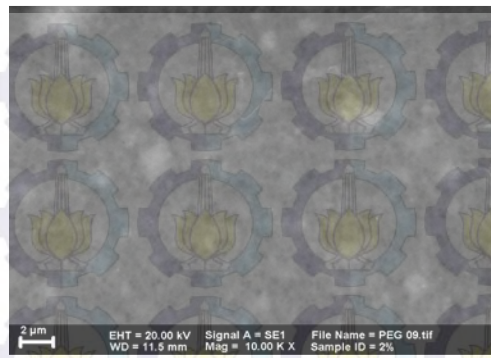
## **4.2 Karakterisasi Membran Serat Berongga PVDF/PEG400- $\text{TiO}_2$ Setelah Aplikasi**

Setelah aplikasi pemisahan limbah sintetis air-minyak, dilakukan dua karakterisasi untuk mengetahui perbedaan membran sebelum dan sesudah aplikasi. Karakterisasi dilakukan dengan melihat morfologi membran permukaan dan penampang lintang melalui uji SEM-EDX dan melihat gugus fungsi melalui uji FT-IR.

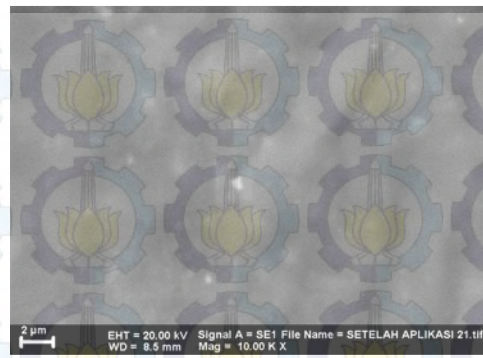
### **4.2.1 Uji SEM-EDX**

Karakterisasi SEM-EDX dilakukan untuk mengetahui morfologi membran sebelum dan sesudah aplikasi pemisahan limbah sintetis air-minyak. Perbandingan hasil uji SEM-EDX sebelum dan sesudah aplikasi dapat dilihat pada Gambar 4.23

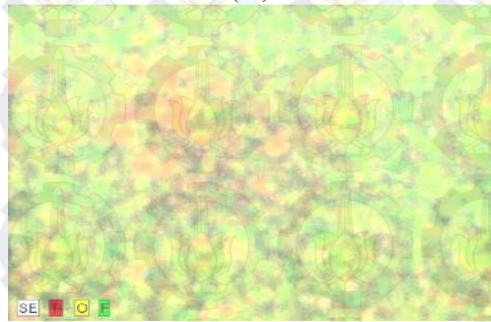




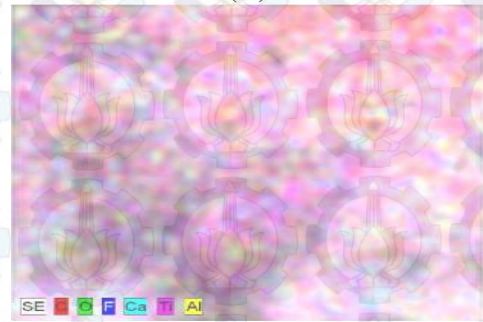
(A)



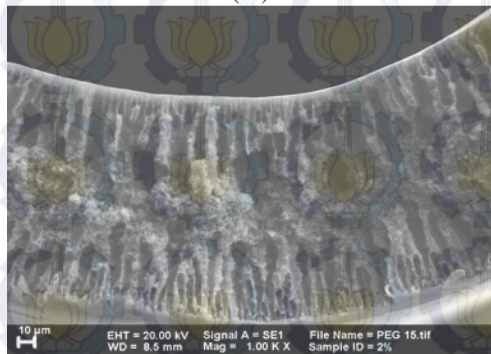
(B)



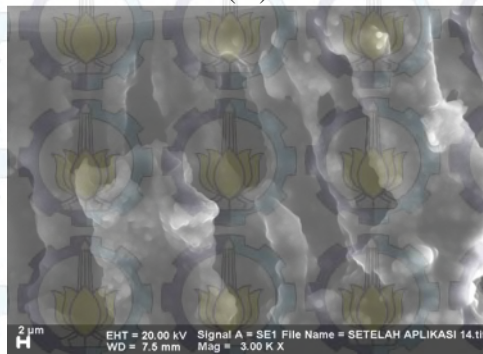
(C)



(D)



(E)



(F)



(G)



(H)

Gambar 4.23 Hasil Uji SEM Permukaan Membran (A) Sebelum Aplikasi; (B) Setelah Aplikasi dan Hasil Uji EDX Permukaan Membran (C) Sebelum Aplikasi; (D) Setelah Aplikasi Serta Hasil Uji SEM Penampang Lintang Membran (E) Sebelum Aplikasi; (F) Sesudah Aplikasi dan Hasil Uji EDX Penampang Lintang Membran (G) Sebelum Aplikasi; (H) Setelah Aplikasi



Hasil uji SEM pada permukaan membran dapat dilihat bahwa sebelum diaplikasikan (Gambar A), permukaan membran masih terlihat jelas pori yang terbentuk ditunjukkan dengan bercak-bercak putih yang mengumpul. Namun pada permukaan membran setelah diaplikasikan (Gambar B), permukaan tertutupi oleh partikel minyak sehingga tidak terlihat pori membran yang ada. Hasil SEM pada uji permukaan (Gambar A dan Gambar B) ini menunjukkan perbedaan antara permukaan membran sebelum dan sesudah aplikasi. Pori yang sudah tertutup oleh partikel minyak akan mengakibatkan menurunnya nilai fluks, seperti yang sudah dijelaskan pada kinerja fluks pada subbab sebelumnya. Gambar B ini membuktikan bahwa penurunan nilai fluks seiring berjalannya waktu karena terjadinya penyumbatan partikel minyak oleh pori membran.

Hasil uji SEM pada penampang lintang sebelum (Gambar C) dan sesudah aplikasi (Gambar D) terlihat berbeda. Penampang lintang membran setelah aplikasi terlihat seperti lebih licin karena adanya partikel minyak yang telah dilewatkan melalui makrofoid yang ada pada membran. Walaupun terlihat lebih licin, makrofoid yang terbentuk masih terlihat tidak tertutupi oleh partikel minyak seperti pada hasil uji SEM pada permukaan. Hasil uji SEM ini menunjukkan bahwa larutan limbah sintetik air-minyak hanya melewati makrofoid, tidak menutupi makrofoid membran. Dengan demikian, hasil uji SEM pada permukaan dan penampang lintang menunjukkan perbedaan antara sebelum dan sesudah aplikasi.

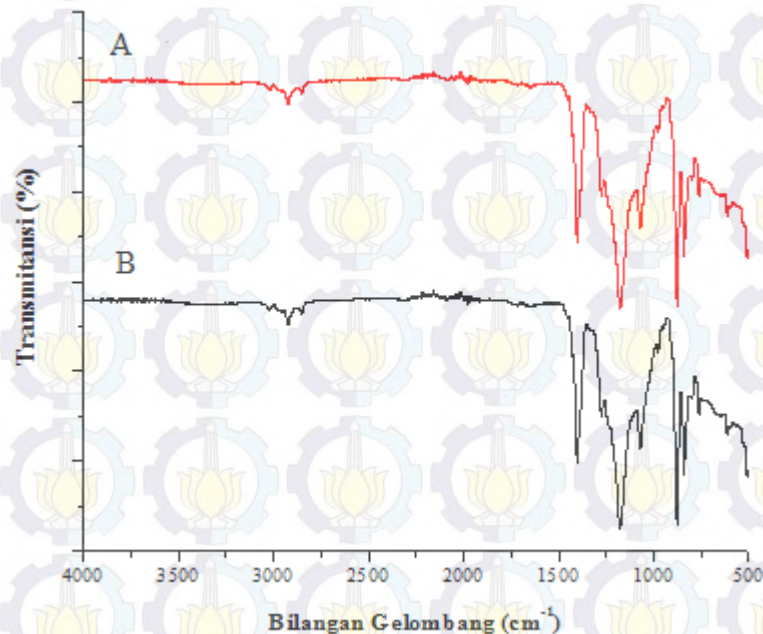
Setelah uji SEM, selanjutnya dilakukan uji EDX untuk melihat persebaran merata unsur penyusun membran PVDF/PEG400-TiO<sub>2</sub>. Hasil uji EDX pada permukaan (Gambar E dan Gambar F) dan penampang lintang (Gambar G dan Gambar H) dapat dilihat bahwa persebaran unsur penyusun membran terlihat merata dan tidak ada satu warna yang mengumpul. Perbedaan antara sebelum dan sesudah aplikasi yaitu pada warna yang mencolok antara keduanya. Pada hasil uji EDX membran sebelum aplikasi (Gambar E dan Gambar G), warna dominan yaitu hijau yang menunjukkan dominasi unsur F dari polimer PVDF. Namun pada hasil uji EDX setelah aplikasi (Gambar F dan Gambar H), warna dominan yaitu merah yang menunjukkan dominasi unsur C dari partikel minyak yang telah dilewatkan di membran. Namun untuk persebaran warna cukup merata dan tidak



ada penggumpalan. Penyebaran unsur yang merata di seluruh permukaan dan penampang lintang membran ini menunjukkan larutan cetak yang homogen membentuk koloid saat preparasi membran. Pembahasan ini sama halnya dengan pembahasan pada uji morfologi SEM pada subbab sebelumnya.

#### 4.2.2 Uji FT-IR

Karakterisasi kedua yang dilakukan untuk mengetahui perbedaan antara membran PVDF/PEG400-TiO<sub>2</sub> sebelum dan sesudah aplikasi yaitu analisis gugus fungsi dengan uji FT-IR dapat dilihat pada Gambar 4.24



Gambar 4.24 Hasil Analisis FT-IR Membran PVDF/PEG400-TiO<sub>2</sub> Sebelum dan Sesudah Aplikasi

Hasil analisis FT-IR di atas menunjukkan tidak adanya perbedaan karakteristik puncak yang khas pada kedua spektrum. Spektrum yang sama pada membran sebelum dan sesudah aplikasi ini menunjukkan bahwa gugus fungsi pada membran PVDF/PEG400-TiO<sub>2</sub> sebelum dan sesudah aplikasi adalah sama. Meskipun telah dilewatkan larutan limbah sintetik air-minyak pada membran, dapat dilihat bahwa tidak ada gugus fungsi baru yang terbentuk pada spektrum membran setelah aplikasi.



## BAB 5

### KESIMPULAN DAN SARAN

#### 5.1 Kesimpulan

Pada penelitian ini telah dilakukan preparasi membran PVDF/TiO<sub>2</sub> dengan penambahan PEG400 pada variasi konsentrasi 0 gram; 1 gram; 2 gram; 3 gram; 4 gram. Hasil karakterisasi membran PVDF/PEG400-TiO<sub>2</sub> dengan konsentrasi PEG400 2 gram menunjukkan nilai sudut kontak 66,92°; tegangan 2,24 MPa dan regangan 42,11%. Hasil analisis thermal menggunakan DSC/TGA menunjukkan penurunan stabilitas termal, sedangkan porositasnya yaitu 78,86%; dan ukuran pori membran 2,286 µm. Interaksi antara polimer, pelarut, dan aditif pada membran terjadi secara fisik yang dibuktikan tidak adanya gugus fungsi baru pada uji FT-IR, serta konfirmasi puncak karakteristik XRD yang berasal dari polimer dan aditif PEG.

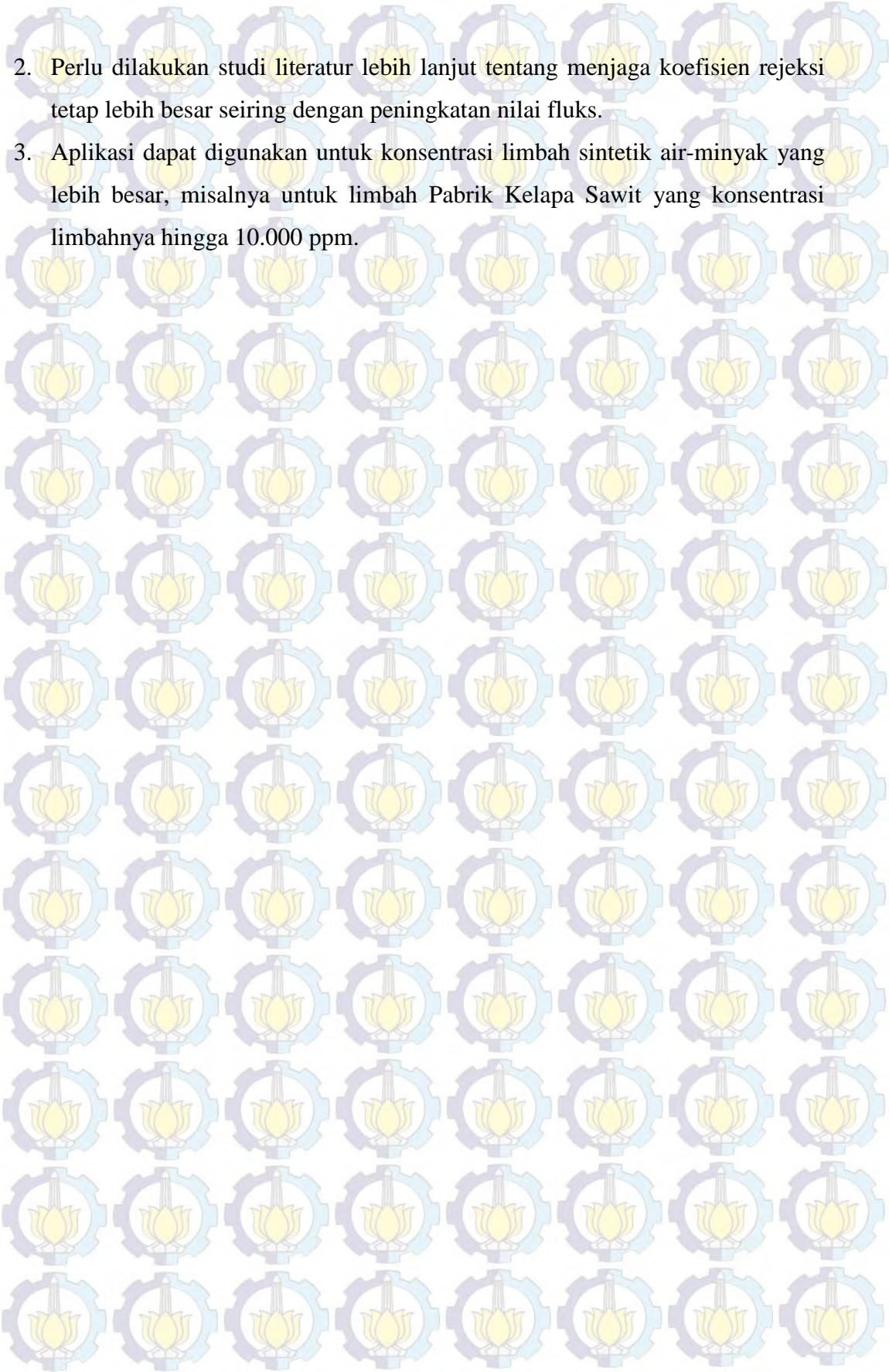
Penambahan aditif PEG400 pada membran PVDF/TiO<sub>2</sub> mampu memperbesar ukuran pori membran, sehingga mampu meningkatkan nilai fluks. Hasil penelitian penambahan PEG400 dengan variasi konsentrasi 0 gram; 1 gram; 2 gram; 3 gram; 4 gram, menunjukkan bahwa PEG400 2 gram menghasilkan kinerja paling optimal, yaitu menunjukkan fluks 66,12 L/m<sup>2</sup>.jam; 62,16 L/m<sup>2</sup>.jam; 59,66 L/m<sup>2</sup>.jam dan rejeksi larutan sintetik minyak air 97,24%; 97,86%; 98,22% dengan konsentrasi minyak-air 90 ppm, 125 ppm dan 160 ppm berturut-turut. Kinerja membran PVDF/TiO<sub>2</sub>/PEG400 2 gram menghasilkan nilai fluks air murni sebesar 71,94 L/m<sup>2</sup>.jam; nilai fluks membran untuk larutan minyak-air 67,52 L/m<sup>2</sup>.jam dengan konsentrasi minyak-air 90 ppm; koefisien rejeksi 96,99%; dan aktivitas fotokatalitik 99,2%.

#### 5.2 Saran

Penelitian lebih lanjut untuk meningkatkan kinerja membran PVDF/TiO<sub>2</sub>/PEG dapat dilakukan dengan memperhatikan beberapa aspek berikut:

1. Menggunakan berat molekul PEG yang lebih besar untuk dapat memperbesar pori membran, sehingga nilai rejeksi dapat menjadi lebih besar.



- 
2. Perlu dilakukan studi literatur lebih lanjut tentang menjaga koefisien rejeksi tetap lebih besar seiring dengan peningkatan nilai fluks.
  3. Aplikasi dapat digunakan untuk konsentrasi limbah sintetik air-minyak yang lebih besar, misalnya untuk limbah Pabrik Kelapa Sawit yang konsentrasi limbahnya hingga 10.000 ppm.



## DAFTAR PUSTAKA

Abbasi, Mohsen; Mirfendereski, Mojtaba; Nikbakht, Mahdi; Golshenas, Meysam; dan Mohammadi, Toraj, (2010), "Performance study of mullite and mullite-alumina ceramic MF membranes for oily wastewaters treatment", *Desalination*, Vol. 259, Hal. 169 – 178.

Ahmad, Syahril, (2014), "Karakterisasi Membran Serat Berongga Polisulfon-Asam Malat dengan Metode *Scanning Electron Microscope*", *Jurnal Sains Materi Indonesia*, Vol. 15, No. 3, Hal. 171 – 175.

Aryanti, Nita; Prihatiningtyas, Indah; Ikhsan, Diyono; dan Wardhani, Dyah Hesti, (2013), "Kinerja Membran Ultrafiltrasi untuk Pengolahan Limbah Emulsi Minyak-Air Sintetis", *Jurnal Reaktor*, Vol. 14, No. 4, Hal. 277 – 283.

Asmuni, (2006), *Karakterisasi Pasir Kuarsa (SiO<sub>2</sub>) dengan Metode XRD*, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Sumatera Utara, Medan.

Attwood, D. dan Florence, A. T., (2008), *Fast Track, Physical Pharmacy*, Pharmaceutical Press Cornwall, United Kingdom.

Baker, Richard W., (2012), *Membrane Technology and Applications*, Edisi Ketiga, John Wiley & Sons Ltd, United Kingdom.

Barud, H. S.; Ribeiro, S. J. L.; Carone, C. L. P.; Ligabue, R.; Einloft, Sandra; Queiroz, P. V. S.; Borges, A. P. B.; dan Jahno, V. D., (2013), *Optically Transparent Membrane Based on Bacterial Cellulose/Polycaprolactone*, *Polimeros*, Vol. 23. No. 1, Hal. 135 – 138.

Bottino, A.; Capannelli, G.; D'Asti, V.; dan Piaggio, P., (2001), "Preparation and properties of novel organic-inorganic porous membrane", *Separation and Purification Technology*, Vol 22-23, Hal 269-275.

Chakrabarty, B.; Ghoshal, A. K.; dan Purkait, M. K., (2010), "Cross-flow ultrafiltration of stable oil-in-water emulsion using polysulfon membranes", *Chemical Engineering Journal*, Vol. 165, Hal. 447 – 456.

Chang, Hsu-Hsien; Yao, Liang-Chin; Lin, Dar-Jong; dan Cheng, Liao-Ping, (2010), "Preparation of microporous poly(VDF-co-HFP) membranes by template-leaching method", *Separation and Purification Technology*, Vol. 72, Hal. 156 – 166.

Chen, Wenjuan; Peng, Jinming; Su, Yanlei; Zheng, Lili; Wang, Lijun; Dan Jiang, Zongyi, (2009), "Separation of oil/water emulsion using Puroic F127



- modified polyethersulfone ultrafiltration membranes”, *Separation and Purification Technology*, Vol. 66, Hal. 591 – 597.
- Chieng, Buong Woei; Ibrahim, Azowa Nor; Then, Yoon Yee; dan Loo, Yuet Ying, (2014), “Epoxidized Vegetable Oils Plasticized Poly(lactic acid) Biocomposites: Mechanical, Thermal and Morphologies Properties”, *Journal Molecules*, Vol. 19, Hal. 16024 – 16038.
- Chou, W. L.; Yu, D. G.; Chien, M.; dan Yang, C. H. J., (2007), “Effect of molecular weight and concentration of PEG additives on morphology and permeation performance of cellulose acetate”, *Separation and Purification Technology*, Vol. 57, Hal. 209 – 219.
- Chou, Wan-Jung; Wang, Cheng-Chien; dan Chen, Chuh-Yung, (2009), “Characteristics of polyimide-based nanocomposites containing plasma-modified multi-walled carbon nanotubes”, Vol. 11, No. 1, Hal. 2208 – 2213.
- Coates, John, (2000), *Interpretation of Infrared Spectra, A Practical Approach in Encyclopedia of Analytical Chemistry*, John Wiley & Sons Ltd, Chicester.
- Damodar, Rahul A.; You, Sheng-Jie; dan Chou, Hui-Hsiang, (2009), “Study the self cleaning, antibacterial and photocatalytic properties of TiO<sub>2</sub> entrapped PVDF membranes”, *Journal of Hazardous Materials*, Vol. 172, Hal. 1321 – 1328.
- Esterly, Daniel M.; Love, Brian J.; Leo, Donald; dan Inman, Daniel, (2002), *Manufacturing of Poly(vinylidene fluoride) and Evaluation of its Mechanical Properties*, Virginia.
- Fujishima, A.; Rao, T. N.; dan Tryk, D. A., (2002), “Titanium Dioxide Photocatalysis”, *J. Photoch Photobio*, Vol. 1, Hal. 1 – 21.
- Georlette, P. dan Leva, J., (1984), “Composition comprising a vinylidene fluoride polymer and a blowing agent”, U. S. Pat, Vol. 4, Hal. 425 – 443.
- Gohari, R. Jamshidi; Lau, W. J.; Matsuura, T.; dan Ismail, A. F., (2013), “Effect of surface pattern formation on membrane fouling and its control in phase inversion process”, *Journal of Membrane Science*, Vol. 446, Hal. 326 – 331.
- Grasselli, M. dan Betz, N., (2005), “Making porous membranes by chemical etching of heavy-ion tracks in  $\beta$ -PVDF films”, *Beam Interaction with Materials and Atoms*, Vol. 236, Hal. 501 – 507.
- Gupta, Bhuvanesh; Arora, Abha; Saxena, Shalini; dan Alam, Mohammad Sarwar, (2008), “Preparation of chitosan-polyethylene glycol coated cotton



membranes for wound dressing: preparation and characterization”, *Polymers Advanced Technologies*, Vol. 20, Hal. 58 – 65.

Hai, Faisal Ibney; Yamamoto, Kazuo; dan Fukushi, Kensuke, (2005), “Different fouling modes of submerged hollow – fiber and flat – sheet membranes induced by high strength wastewater with concurrent biofouling”, *Desalination*, Vol. 180, Hal. 89 – 97.

Hassankiadeh, Naser Tavajohi; Cui, Zhaoliang; Kim, Ji Hoon; Shin, Dong Won; Sanguineti, Aldo; Arcella, V.; Lee, Young Moo; dan Drioli, Enrico, (2014), “PVDF hollow fiber membranes prepared from green diluent via thermally induced phase separation: Effect of PVDF molecular weight”, *Journal of Membrane Science*, Vol. 12, Hal. 237 – 246.

Hendayana, Sumar, dkk., (1994), *Kimia Analitik Instrumen*, Edisi Kesatu, IKIP Semarang Press, Semarang.

Kang, Guo-dong dan Cao, Yi-ming, (2014), “Application and modification of poly(vinylidene fluoride) (PVDF) membranes – A review”, *Journal of Membrane Science*, Hal. 1 – 96.

Kavei, Ghassem; Nakaruk, Auppatham; dan Sorrel, Charles Chris, (2011), “Equilibrium State of Anatase to Rutile Transformation for Titanium Dioxide Film Prepared by Ultrasonic Spray Pyrolysis Technique”, *Material Sciences and Applications*, Vol. 2, Hal. 700 – 705.

Ketaren, S., (2008), *Pengantar Teknologi Minyak dan Lemak Pangan*, UI Press, Jakarta.

Kirk, R. E. dan Othmer, D. F., (2000), *Encyclopedia of Chemical Engineering Technology*, John Wiley and Sons Inc., New York.

Kong, J. dan Li, K., (1999), “Oil removal from oil-in-water emulsion using PVDF membrane”, *Separation and Purification Technology*, Vol. 16, Hal. 83 – 93.

Kuhon, Albert, (2008), *Limbah Deterjen Pencucian Mobil*, Kategori Air Limbah, Jakarta.

Lalia, Boor Singh; Kochkodan, Victor; Hashaikeh, Raed; dan Hilal, Nidal, (2013), “A review on membrane fabrication: Structure, properties and performance relationship”, *Desalination*, Vol. 326, Hal. 77 – 95.

Lando, J. B. and Maron, S. H., (1974), *Fundamental of Physical Chemistry*, Macmillan Publishing Co. Inc., New York.



- Lee, Kian Mun dan Hamid, Sharifah Bee Abd, (2015), "Simple Response Surface Methodology: Investigation on Advance Photocatalytic Oxidation of 4-Chlorophenoxyacetic Acid Using UV-Active ZnO Photocatalyst", *Journal Materials*, Vol. 8, Hal. 339 – 354.
- Li, Nana; Xiao, Changfa; Mei, Shuo; dan Zhang, Shujie, (2011), "The multi-pore-structure of polymer-silicon hollow fiber membrane fabricated via thermally induced phase separation combining with stretching", *Desalination*, Vol. 274, Hal. 284 – 291.
- Li, Qinglian; Xi, Sancai; dan Zhang, Xiwen, (2013), "Conservation of paper relics by electrospun PVDF fiber membranes", *Journal of Cultural Heritage*, Hal. 1 – 6.
- Lovinger, Andrew J., (1981), *Poly(vinylidene Fluoride)*, Bell Lab, New Jersey.
- Lu, Chung-Shin; Chen, Chiing-Chang; Huang, Ling-Kuen; Tsai, Peir-An; dan Lai, Hsiao-Fang, (2013), "Photocatalytic Degradation of Acridine Orange over NaBiO<sub>3</sub> Driven by Visible Light Irradiation", *Journal Catalysts*, Vol. 3, Hal. 501 – 516.
- Luan, Jingfei; Chen, Mengjing; dan Hu, Wenhua, (2014), "Synthesis, Characterization and Photocatalytic Activity of New Photocatalyst ZnBiSbO<sub>2</sub> under Visible Light Irradiation", *International Journal of Molecular Sciences*, Vol. 15, Hal. 9459 – 9480.
- Madaeni, Sayed Siavash dan Yeganeh, Mehrdad Kasrayie, (2003), "Microfiltration of Emulsified Oil Wastewater", *Journal of Porous Materials*, Vol. 10, No. 2, Hal. 131 – 138.
- Madorsky, S. L., (1964), *Fluorocarbon and chlorocarbon polymers in thermal degradation of organic polymers*, John Wiley and Sons Inc, New York.
- Mulder, M., (1996), *Basic Principle of Membrane Technology, Second Edition*, Kluwer Academic Publisher, London.
- Nguyen, T., (1985), "Degradation of poly[vinilidene fluoride] and poly[vinilydene fluoride]", *Polymer Reviews*, Vol. 2, Hal. 227 – 225.
- O'Mahony, T., dan Guibal, E., (2002), "Reactive dye biosorption by *Rhizopus arrhizus* biomass", *Enzyme Microb Technol*, Vol. 31, Hal. 456 – 463.
- O'Neil, M. J., (2001), *The Merck Index: An Enclopedia of Chemical, Drugs, and Biological*, Merck & Co. Inc., New York.
- Ong, C. S.; Lau, W. J.; Goh, P. S.; Ng, B. C.; dan Ismail, A. F., (2013), "Preparation and characterization of PVDF-PVP-TiO<sub>2</sub> composite hollow



fiber membranes for oily wastewater treatment using submerged membrane system”, Hal. 1 – 11.

Ong, C. S.; Lau, W. J.; Goh, P. S.; Ng, B. C.; dan Ismail, A. F., (2014), “Investigation of submerged membrane photocatalytic reactor (sMPR) operating parameters during oily wastewater treatment process”, *Journal Desalination*, Vol. 353, Hal. 48 – 56.

Onggo, Holia; Subowo, Wiwik; dan Sudirman, (2005), “Analisis Sifat Termal Komposit Polipropilen-Kenaf”, Prosiding Simposium Nasional Polimer V, ISSN 1410-8720.

Pabby, Anil K., Rizvi, S. S. H., dan Sastre, M., (2009), *Handbook of Membrane Separations Chemical, Pharmaceutical, Food and Biotechnological Applications*, CRC Press Taylor and Francis Group, New York.

Pratiwi, Kasih Ditaningtyas Sari dan Hermana, Joni, (2014), “Efisiensi Pengolahan Limbah Cair Mengandung Minyak Pelumas pada *Oil Separator* dengan Menggunakan *Plate Settler*”, Jurnal Teknik POMITS, Vol. 3, Hal. 5-9.

Prince, J. A.; Bhuvana, S.; Anbharasi, V.; Ayyanar, N.; Boodhoo, K. V. K.; dan Singh, G., (2014), “Self-cleaning Metal Organic Framework (MOF) based ultra filtration membranes – A solution to bio-fouling in membrane separation processes”, *Scientific Reports*, No. 6555.

Priyanti, P. A. R., (2012), “Pengolahan Air Limbah Pencucian Mobil dengan Reaktor Pemisah Minyak dan Karbon Aktif”, Skripsi Jurusan Teknik Lingkungan ITS, Surabaya.

Rahman, Enya Rima; Izak, Djoni; dan Ady, Jan, (2015), “Pengaruh Variasi Komposisi Madu Terhadap Karakteristik Hidrogel Kitosan, Madu, dan Gelatin untuk Aplikasi *Occlusive Dressing*”, Jurnal Fisika dan Terapannya, Vol. 3, No. 1, Hal. 1 – 13.

Rosnelly, Cut Meurah, (2012), “Pengaruh Rasio Aditif Polietilen Glikol Terhadap Selulosa Asetat pada Pembuatan Membran Selulosa Asetat Secara Inversi Fasa”, Vol. 9, Hal. 25-29.

Roussel, S.; McElroy, K. L.; dan Judovits, L.H., (1992), “Molecular weight dependent of the crystallization kinetics of poly(vinylidene fluoride)”, *Polymer Engineering and Science*, Vol. 32, Hal. 1300 – 1308.

Rowe, Raymond C.; Sheskey, Paul J.; dan Quinn, Marian E., (2009), *Handbook of Pharmaceutical Exipient Sixth Edition*, Pharmaceutical Press and American Pharmacists Association, United States of America.



- Saljoughi, Ehsan; Amirilargani, Mohammad; dan Mohammadi, Toraj, (2010), "Effect of PEG additive and coagulation bath temperature on the morphology, permeability and thermal/chemical stability of asymmetric CA membranes", *Desalination*, Vol. 262, Hal. 72 – 78.
- Sani, N. A. A.; Lau, W. J.; dan Ismail, A. F., (2015), "Polyphenylsulfone-based solvent resistant nanofiltration (SRNF) membrane incorporated with copper-1,3,5-benzenetricarboxylate (Cu-BTC) nanoparticles for methanol separation", *Royal Society of Chemistry Advances*, Vol. 5, Hal. 13000 – 13010.
- Santos, Alvaro A. Ramirez; Pena, Prospero Acevedo; dan Cordoba, Elcy M., (2014), "Photo-assisted Electrochemical Copper Removal from Cyanide Solutions Using Porous TiO<sub>2</sub> Thin Film Photo-anodes", *Material Research*, Vol. 17, No. 1. Hal. 69 – 77.
- Scholz, W dan Fuchs, W., (2000), "Treatment of oil contaminated wastewater in membrane bioreactor", *Water Research*, Vol. 34, Hal. 3621 – 3629.
- Sciencelab, (2001), *Material Safety Data Sheet Titanium*, Texas.
- Sciencelab, (2001), *Material Safety Data Sheet Poly(ethylene glycol)*, Texas.
- Seymour, Raymond and Cheng, Tai, (1986), *History of Polyolefin*, Reidel Publishing Company, Dordrecht.
- Shu, Wang; Liangyin, Chu; dan Wenmei, Chen, (2006), "Fouling-resistant Composite Membranes for Separation of Oil-in-water Microemulsions", *Chinese Journal Chemical Engineering*, Vol. 14, Hal. 37 – 45.
- Sigmaaldrich, (2001), *Material Safety Data Sheet Poly(ethylene glycol)*, Singapore.
- Smith, Stefan J. D.; Ladewing, Bradley P.; Hill, Anita J.; Lau, Cher Hon; dan Hill, Matthew R., (2015), "Post-synthetic Ti Exchanged UiO-66 Metal-Organic Frameworks that Deliver Exceptional Gas Permeability in Mixed Matrix Membrane", *Scientific Reports*, Vol. 5 : 7823.
- Song, Chengwen; Wang, Tonghua; Pan, Yanqiu; dan Qiu, Jieshan, (2006), "Preparation of coal-based microfiltration carbon membrane and application in oily wastewater treatment", *Separation and Purification Technology*, Vol. 51, Hal. 80 – 84.
- Song, Hongchen; Shao, Jiahui; He, Yiliang; Liu, Ba; dan Zhong, Xiaoqing, (2012), "Natural organic matter removal and flux decline with PEG-TiO<sub>2</sub>-doped PVDF membranes by integration of ultrafiltration with



photocatalysis”, *Journal of Membrane Science*, Vol. 405 – 406, Hal. 48 – 56.

Sukitpaneelit, P. dan Chung, T. S., (2012), “PVDF/nanosilica dual-layer hollow fibers with enhanced selectivity and flux as novel membranes for ethanol recovery”, *Ind. Eng. Chem. Res.*, Vol. 51, Hal. 978 – 993.

Teow, Y. H., Ahmad, A. L., Lim, J. K., dan Ooi, B. S., (2012), “Preparation and characterization of PVDF/TiO<sub>2</sub> mixed matrix membrane via in situ colloidal precipitation method”, *Desalination*, Vol. 295, Hal. 61 – 69.

Vaughan, Steven dan Vaughan, William, (2009), “FTIR Analytical Systems: Part II – Experimental Design”, *Gases and International Instrumentation*.

Water Research Foundation, (2012), *Evaluation of Membrane Characterization Methods*, U.S. Environmental Protection Agency, Washington DC.

Wenten, I. G., (2001), *Membrane Technology for Industrial and Environmental Protection*, Center for Membrane Science and Technology Institut Teknologi Bandung, Bandung.

Winduwati, S.; Yohan; dan Nur, Rifaid M., (2000), *Karakteristik Osmosis Balik Membran Spiral Wound*, Pusat Pengembangan Pengelolaan Limbah Radio Aktif, Jakarta.

Xiaobo, Chen, (2009), “Titanium Dioxide Nanomaterials and Their Energy Applications”, *Chinese Journal of Catalys*, Vol. 30, Hal. 839 – 851.

Xu, Zhen-Liang; Chung, Tai-Shung; Loh, Kai-Chee; dan Lim, Bee Chun, (1999), “Polymeric asymmetric membranes made from polyetherimide/polybenzimidazole/poly(ethylene glycol) (PEI/PBI/PEG) for oil-surfactant-water separation”. *Journal of Membrane Science*, Vol. 158, Hal. 41 – 53.

Yan, Lu; Hong, Sun; Li, Meng Li; dan Li, Yu Shui, (2009), “Application of the Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-PVDF nanocomposite tubular ultrafiltration (UF) membrane for oily wastewater treatment and its antifouling research”, *Separation and Purification Technology*, Vol. 66, Hal. 347 – 352.

Yoon, Kyunghwan dan Kelarakis, Antonios, (2014), “Nanoclay-Directed Structure and Morphology in PVDF Electrospun Membranes”, *Journal of Nanomaterials*, Vol. 2014, Article ID 367671.

Yu, Li; Han, Mei; dan He, Fang, (2013), “A review of treating oily wastewater”, *Arabian Journal of Chemistry*, Hal. 1 – 10.

Yudono, B.; Said, M.; Sabaruddin; Napoleon, A.; dan Utami, M. B., (2010), “Kinetics of Petroleum-Contaminated Soil Biodegraded by An Indigenous



Bacteria *Bacillus Megaterium*”, *Journal of Biosciences*, Vol. 17, Hal. 155-160.

Yuliwati, E. dan Ismail, A. F., (2011), “Effect of additives concentration on the surface properties and performance of PVDF ultrafiltration membranes for refinery produced wastewater treatment”, *Desalination*, Vol 273, Hal. 226 – 234.

Yunos, Muhamad Zaini; Harun, Zawati; Basri, Hatijah; dan Ismail, Ahmad Fauzi, (2014), “Studies on fouling by natural organic matter (NOM) on polysulfone membranes: Effect of polyethylene glycol (PEG)”, *Desalination*, Vol. 333, Hal. 36 – 44.

Zeng, Yubin; Yang, Changzhu; Zhang, Jingdong; dan Pu, Wenhong, (2007), “Feasibility investigation of oily wastewater treatment by combination of zinc and PAM in coagulation/flocculation”, *Journal of Hazardous Materials*, Vol. 147, Hal. 991 – 996.

Zhang, Yuqing; Liu, Fanglong; Lu, Yiren; Zhao, Lili; dan Song, Lixin, (2013), “Investigation of phosphorylated  $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2$  particles/polysulfone composite membrane for wastewater treatment”, *Desalination*, Vol. 324, Hal. 118 – 126.

Zhang, Simeng; Wang, Rongshu; Zhang, Shaofeng; Li, Guoling; dan Zhang, Yuqing, (2013), “Development of phosphorylated silica nanotubes (PSNTs)/polyvinylidene fluoride (PVDF) composite membranes for wastewater treatment”, *Chemical Engineering Journal*, Vol. 230, Hal. 260 – 271.

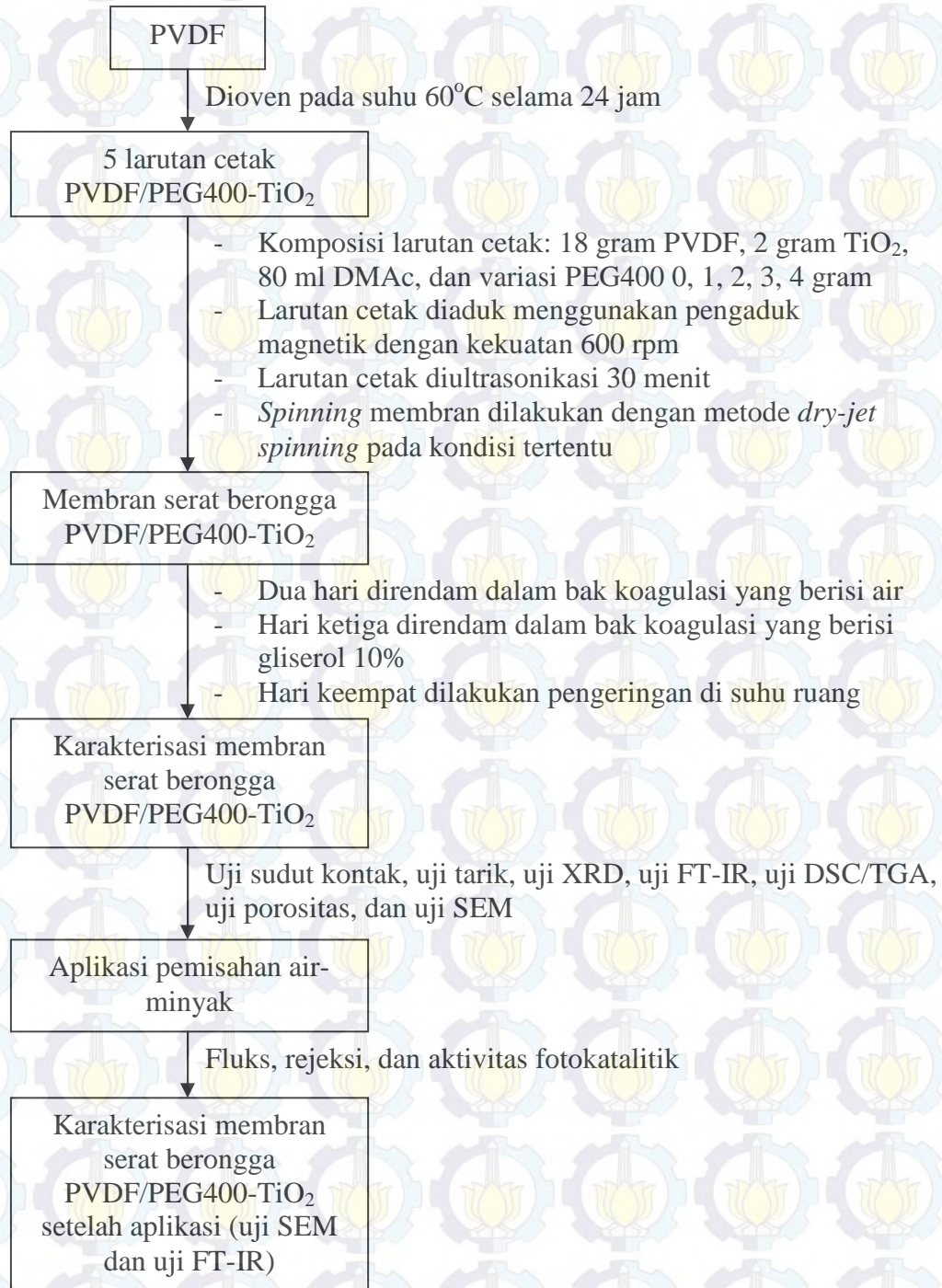
Zhang, Qinglei; Lu, Xiaolong; dan Zhao, Lihua, (2014), “Preparation of Polyvinylidene Fluoride (PVDF) Hollow Fiber Hemodialysis Membranes”, *Journal Membranes*, Vol. 4, Hal. 81 – 95.



## LAMPIRAN A

### SKEMA KERJA

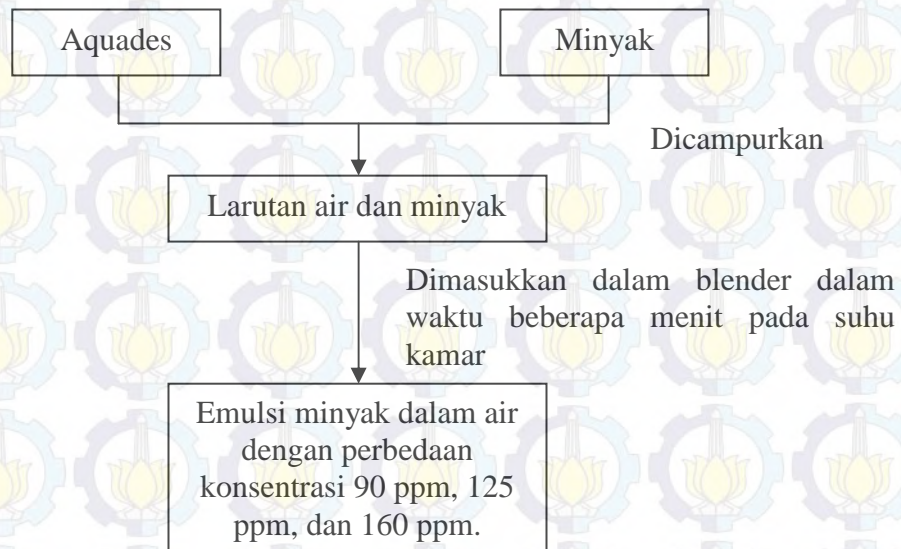
#### A. Preparasi Membran Serat Berongga PVDF/PEG400-TiO<sub>2</sub>



Gambar A.1. Skema Preparasi Membran Serat Berongga PVDF/PEG400-TiO<sub>2</sub>



## B. Preparasi Limbah Sintetik Air-Minyak



Gambar A.2. Skema Preparasi Limbah Sintetik Air-Minyak



## LAMPIRAN B

### VISKOSITAS LARUTAN DAN UJI SUDUT KONTAK

Tabel B.1. Hasil Pengukuran Viskositas Larutan Cetak Membran PVDF/PEG400-TiO<sub>2</sub> pada Variasi Konsentrasi PEG400

Konsentrasi PEG400	Spindle Viskositas	Kekuatan Pengadukan	Akurasi (%)	Viskositas Larutan (mPa.s)	
0 gram	L4	100 rpm	80,2	5210,3	<b>5207,20</b>
			80,3	5204,8	
			80,3	5206,5	
1 gram	L4	100 rpm	48,0	4312,2	<b>4310,60</b>
			48,3	4309,1	
			48,3	4310,5	
2 gram	L4	100 rpm	53,8	4128,7	<b>4126,30</b>
			53,7	4125,9	
			53,8	4124,3	
3 gram	L4	100 rpm	60,2	3826,2	<b>3823,73</b>
			60,3	3820,6	
			60,3	3824,4	
4 gram	L4	100 rpm	68,5	3590,4	<b>3594,90</b>
			68,3	3596,7	
			68,5	3597,6	

Tabel B.2. Hasil Pengukuran Uji Sudut Kontak Membran PVDF/PEG400-TiO<sub>2</sub> pada Variasi Konsentrasi PEG400

Titik ke-	Konsentrasi PEG400				
	0 gram	1 gram	2 gram	3 gram	4 gram
1	88,17	83,36	65,03	70,99	89,88
2	82,85	77,09	66,56	69,79	89,37
3	92,73	77,35	64,61	73,67	91,34
4	94,85	76,58	63,66	75,79	94,54
5	93,60	78,86	67,78	90,00	96,40
6	98,85	76,14	70,44	82,90	94,41
7	98,02	70,98	67,46	82,35	84,64
8	88,82	79,83	65,74	79,23	85,71
9	88,31	78,43	65,88	80,70	81,13
10	91,21	80,55	72,07	74,38	82,96
<b>Rata-rata</b>	<b>91,74</b>	<b>77,92</b>	<b>66,92</b>	<b>77,98</b>	<b>89,04</b>



## LAMPIRAN C

Gauge length : 40 mm  
Diameter : 1,15 mm

## UJI TARIK

Area : 1,039 mm<sup>2</sup>  
Speed : 10 mm/min

Tabel C.1. Hasil Pengukuran Uji Tarik Membran PVDF/PEG400-TiO<sub>2</sub> pada Variasi Konsentrasi PEG400

PEG	Load at Limit (N)	Deflection at Limit (mm)	Stress at Limit (MPa)	Percentage Strain at Limit	Work to Limit (J)	Maximum Load (N)	Deflection at Maximum Load (mm)	Stress at Maximum Load (MPa)	Percentage Strain at Maximum Load	Work to Maximum Load (J)	Stiffness (N/m)	Young's Modulus (kN/mm <sup>2</sup> )
0 g	1,002	24,997	0,964	62,495	0,021	2,055	1,044	1,978	2,0891	0,0013	39912260,45	1521,28
	1,011	24,993	0,973	62,482	0,021	1,381	0,001	1,829	0,0012	0,0075	15200519,01	1585,37
	1,374	24,992	1,322	62,482	0,022	1,880	13,415	1,810	3,3539	0,0120	5498096,284	1526,27
1 g	2,442	24,997	2,351	62,494	0,057	2,810	13,980	2,154	34,9506	0,0303	71384715,72	2749,03
	2,333	24,994	2,246	62,487	0,057	2,155	11,803	2,138	29,5078	0,0258	9333906,704	2546,79
	2,018	24,992	1,943	62,480	0,037	2,351	18,827	2,264	47,0681	0,0264	9872446,921	2580,19
2 g	0,515	24,994	0,4961	62,485	0,035	2,518	9,457	2,224	53,6429	0,0152	31820302,67	2925,40
	1,525	24,994	1,468	62,485	0,0348	2,052	14,222	2,276	35,5562	0,0192	25515252,65	2982,59
	0,967	24,992	0,931	62,480	0,041	2,515	14,847	2,222	37,1188	0,0279	54751391,55	2808,48
3 g	1,653	24,993	1,592	62,484	0,037	2,114	13,420	2,036	33,5513	0,0186	6617008,727	2658,90
	0,381	24,993	0,367	62,484	0,021	2,017	6,715	2,142	16,7887	0,0085	1527690,909	2573,14
	1,598	24,995	1,538	62,487	0,038	2,255	2,436	2,171	40,9182	0,0369	6394200,028	2568,71
4 g	0,897	24,994	0,864	62,487	0,021	1,721	1,029	2,057	2,5732	0,0014	49306817,46	1898,81
	1,896	24,992	1,825	62,482	0,029	2,121	2,492	2,042	32,3211	0,0297	63766661,57	2455,66
	1,110	24,991	1,069	62,479	0,023	1,516	0,161	2,060	1,4028	0,0001	4444674,991	2324,67



Tabel C.2. Ringkasan Hasil Uji Tarik Membran PVDF/PEG400-TiO<sub>2</sub> pada Variasi Konsentrasi PEG400

Konsentrasi PEG400	Tegangan (MPa)	Regangan (%)	Modulus Young (kN/mm <sup>2</sup> )
0 gram	1,978	2,0891	1521,28
	1,829	0,0012	1585,37
	1,810	3,3539	1526,27
	<b>1,872</b>	<b>1,8147</b>	<b>1544,31</b>
1 gram	2,154	34,9506	2749,03
	2,138	29,5078	2546,79
	2,264	47,0681	2580,19
	<b>2,185</b>	<b>37,1755</b>	<b>2625,34</b>
2 gram	2,224	53,6429	2925,40
	2,276	35,5562	2982,59
	2,222	37,1188	2808,48
	<b>2,241</b>	<b>42,1060</b>	<b>2905,49</b>
3 gram	2,036	33,5513	2658,90
	2,142	16,7887	2573,14
	2,171	40,9182	2568,71
	<b>2,116</b>	<b>30,4194</b>	<b>2600,25</b>
4 gram	2,057	2,5732	1898,81
	2,042	32,3211	2455,66
	2,060	1,4028	2324,67
	<b>2,053</b>	<b>12,0990</b>	<b>2226,38</b>



## LAMPIRAN D

### UJI XRD (*X-Ray Diffraction*)

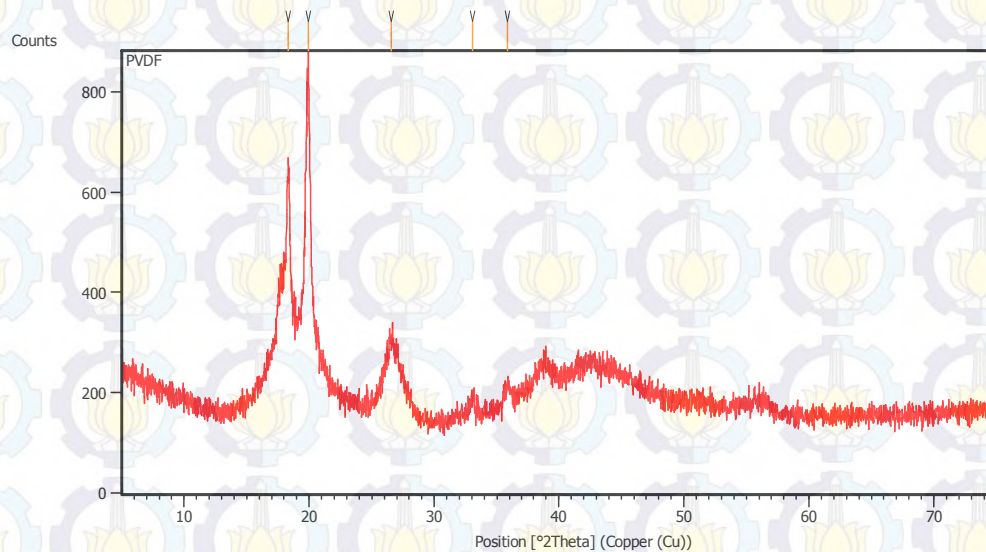
#### A. Data dan Grafik XRD Standar PVDF

Measurement Date / Time	6/2/2015 12:18:00 PM
Raw Data Origin	PHILIPS-binary (scan) (.RD)
Scan Axis	Gonio
Start Position [ $^{\circ}$ 2Th.]	5.0084
End Position [ $^{\circ}$ 2Th.]	74.9804
Step Size [ $^{\circ}$ 2Th.]	0.0170
Scan Step Time [s]	10.1500
Scan Type	Continuous
Offset [ $^{\circ}$ 2Th.]	0.0000
Divergence Slit Type	Fixed
Divergence Slit Size [ $^{\circ}$ ]	0.2500
Specimen Length [mm]	10.00
Receiving Slit Size [mm]	12.7500
Measurement Temperature [ $^{\circ}$ C]	-273.15
Anode Material	Cu
K-Alpha1 [ $\text{\AA}$ ]	1.54060
K-Alpha2 [ $\text{\AA}$ ]	1.54443
K-Beta [ $\text{\AA}$ ]	1.39225
K-A2 / K-A1 Ratio	0.50000
Generator Settings	30 mA, 40 kV
Diffractometer Type	XPert MPD
Diffractometer Number	1
Goniometer Radius [mm]	200.00
Dist. Focus-Diverg. Slit [mm]	91.00
Incident Beam Monochromator	No
Spinning	No

Tabel D.1. Data Hasil Uji XRD Polimer PVDF

Pos. [ $^{\circ}$ 2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [ $^{\circ}$ 2Th.]	d-spacing [ $\text{\AA}$ ]	Rel. Int. [%]
18.3408	397.52	0.2007	4.83736	66.41
19.9370	598.61	0.3011	4.45353	100.00
26.5346	124.41	0.8029	3.35928	20.78
33.0424	32.82	0.4015	2.71104	5.48
35.8198	31.94	0.5353	2.50694	5.33





Gambar D.1. Difraktogram PVDF

## B. Data dan Grafik XRD Membran PVDF

Description:  
20 Maret 2015

Original scan:  
Scan created:  
Description of scan:  
20 Maret 2015

Used wavelength:  
Wavelength (Å):

Membran FlatTiO2 0%  
1/1/90 07:03

K-Alpha  
1.54056

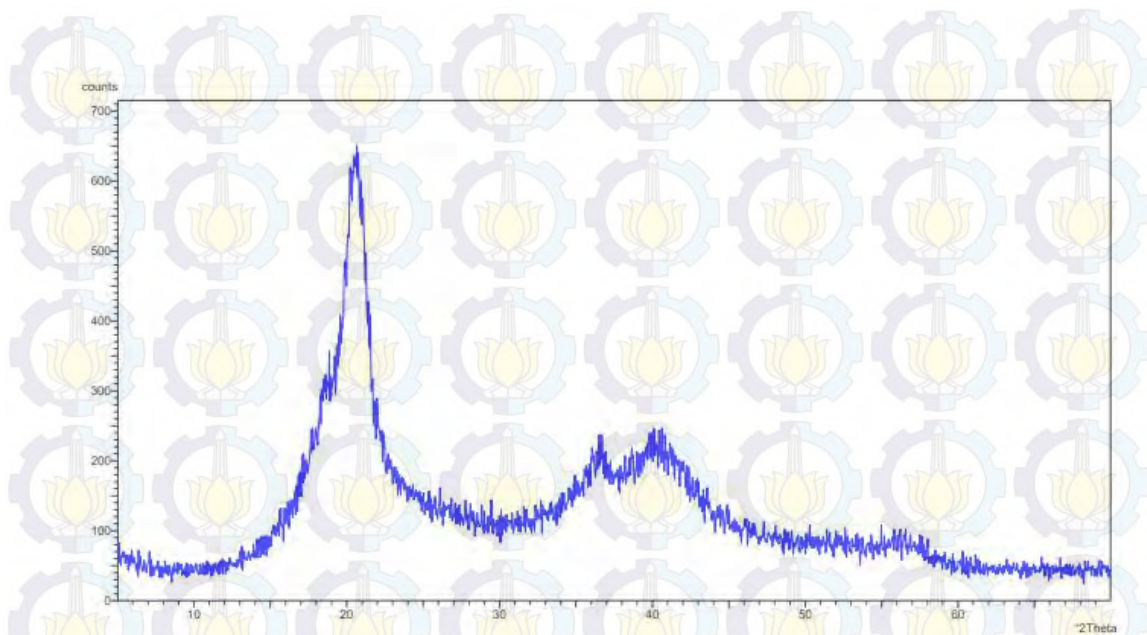
**Peak search parameter set:**  
Set created:  
Peak positions defined by:  
Minimum peak tip width (°2Theta):  
Maximum peak tip width (°2Theta):  
Peak base width (°2Theta):  
Minimum significance:

**As Measured Intensities**  
10/15/10 03:58  
Minimum of 2nd derivative  
0.00  
1.00  
2.00  
0.60

Tabel D.2. Data Hasil Uji XRD Membran PVDF

d-spacing (Å)	Relative Intensity (%)	Angle (°2Theta)	Peak Height (counts)	Background (counts)	Tip Width (°2Theta)	Significance
4.77836	27.50	18.55331	112.09	190.66	0.48000	0.86
4.37110	93.42	20.29947	380.79	215.02	0.32000	0.62
4.30739	100.00	20.60297	407.59	219.26	0.24000	0.62
2.45222	11.80	36.61479	48.09	169.62	0.32000	0.67
2.25676	6.56	39.91476	26.72	193.96	0.80000	0.89





Gambar D.2. Difraktogram Membran PVDF

### C. Data dan Grafik XRD Standar $\text{TiO}_2$

Measurement Date / Time 5/22/2015 9:33:00 AM

Raw Data Origin PHILIPS-binary (scan) (.RD)

Scan Axis Gonio

Start Position [ $^{\circ}2\text{Th.}$ ] 5.0084

End Position [ $^{\circ}2\text{Th.}$ ] 49.9904

Step Size [ $^{\circ}2\text{Th.}$ ] 0.0170

Scan Step Time [s] 10.1500

Scan Type Continuous

Offset [ $^{\circ}2\text{Th.}$ ] 0.0000

Divergence Slit Type Fixed

Divergence Slit Size [ $^{\circ}$ ] 0.2500

Specimen Length [mm] 10.00

Receiving Slit Size [mm] 12.7500

Measurement Temperature [ $^{\circ}\text{C}$ ] -273.15

Anode Material Cu

K-Alpha1 [ $\text{\AA}$ ] 1.54060

K-Alpha2 [ $\text{\AA}$ ] 1.54443

K-Beta [ $\text{\AA}$ ] 1.39225

K-A2 / K-A1 Ratio 0.50000

Generator Settings 30 mA, 40 kV

Diffractometer Type XPert MPD

Diffractometer Number 1

Goniometer Radius [mm] 200.00

Dist. Focus-Diverg. Slit [mm] 91.00

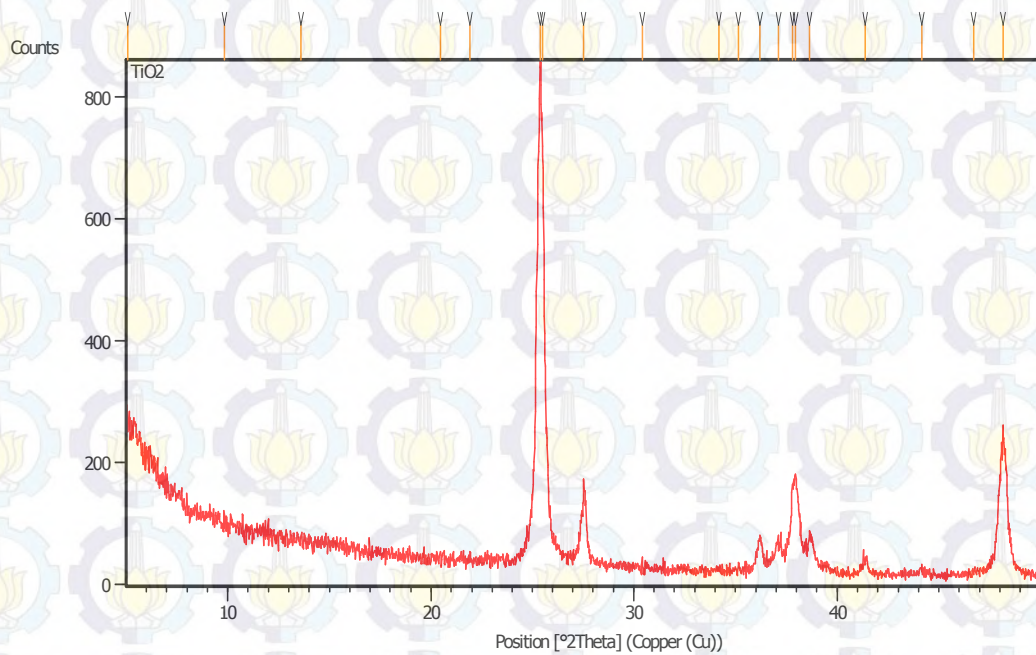
Incident Beam Monochromator No

Spinning No



Tabel D.3. Data Hasil Uji XRD Polimer TiO<sub>2</sub>

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
5.0779	79.86	0.1673	17.40328	9.83
9.8565	5.03	0.1673	8.97396	0.62
13.6270	6.69	0.0836	6.49826	0.82
20.4488	13.11	0.0502	4.34321	1.61
21.9123	8.05	0.1338	4.05632	0.99
25.4072	812.13	0.0816	3.50283	100.00
25.5302	664.43	0.0836	3.48912	81.81
27.5383	134.21	0.0669	3.23909	16.53
30.4205	4.85	0.0502	2.93845	0.60
34.2081	4.20	0.4015	2.62127	0.52
35.1530	15.33	0.0669	2.55295	1.89
36.2117	57.15	0.2007	2.48070	7.04
37.1119	47.55	0.2676	2.42257	5.85
37.8168	144.13	0.1632	2.37705	17.75
37.9623	162.00	0.1338	2.37024	19.95
38.6461	65.32	0.1673	2.32986	8.04
41.3985	23.50	0.3346	2.18110	2.89
44.1470	10.23	0.2007	2.05148	1.26
46.7241	5.19	0.1338	1.94416	0.64
48.1369	220.43	0.3346	1.89035	27.14



Gambar D.3. Difraktogram TiO<sub>2</sub>



## D. Data dan Grafik XRD Membran PVDF/PEG400-TiO<sub>2</sub> Konsentrasi PEG400 0 gram

Description:

20 Maret 2015

Original scan:

Scan created:

Description of scan:

20 Maret 2015

Membran HF PEG 0%

1/1/90 06:28

Used wavelength:

Wavelength (Å):

K-Alpha

1.54056

Peak search parameter set:

Set created:

Peak positions defined by:

Minimum peak tip width (°2Theta):

Maximum peak tip width (°2Theta):

Peak base width (°2Theta):

Minimum significance:

As Measured Intensities

10/15/10 03:58

Minimum of 2nd derivative

0.00

1.00

2.00

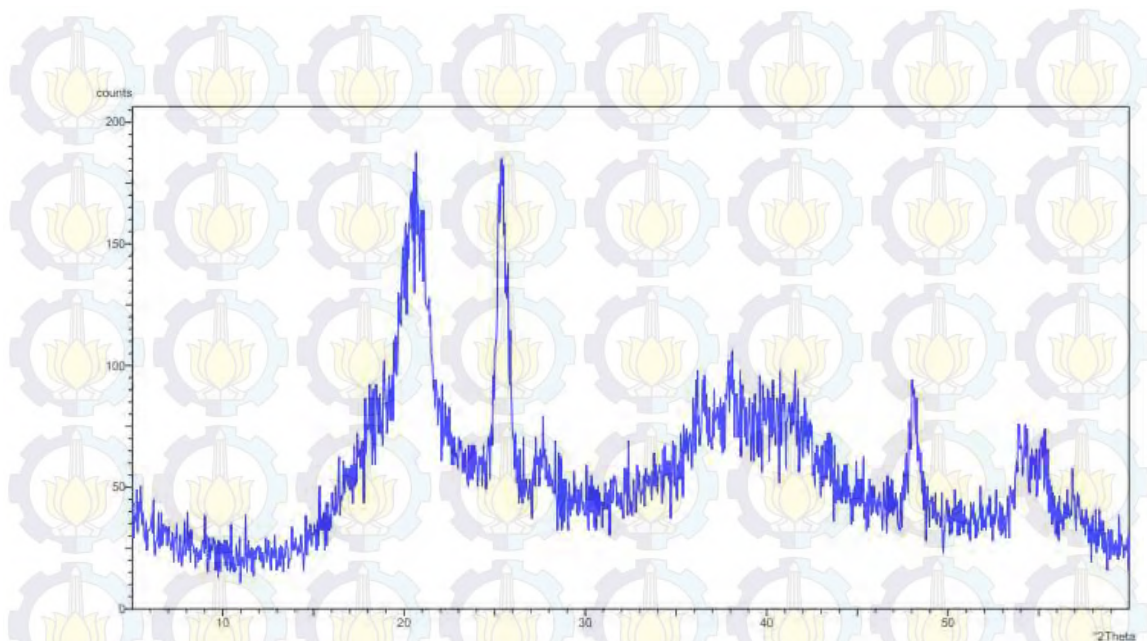
0.60

Tabel D.4. Data Hasil Uji XRD Membran PVDF/PEG400-TiO<sub>2</sub> Konsentrasi PEG400 0 gram

d-spacing (Å)	Relative Intensity (%)	Angle (°2Theta)	Peak Height (counts)	Background (counts)	Tip Width (°2Theta)	Significance
3.50996	100.00	25.35412	121.57	53.95	0.40000	2.55
3.23633	12.51	27.53824	15.21	47.28	0.64000	0.86
2.48148	12.50	36.16801	15.20	61.68	0.96000	0.99
2.36408	23.34	38.03139	28.37	69.06	0.48000	0.83
1.88989	38.22	48.10564	46.47	39.41	0.24000	1.48
1.69396	21.32	54.09409	25.92	37.48	0.64000	1.13

d-spacing (Å)	Relative Intensity (%)	Angle (°2Theta)	Peak Height (counts)	Background (counts)	Tip Width (°2Theta)	Significance
1.66273	26.25	55.19563	31.91	38.05	0.40000	0.79





Gambar D.4. Difraktogram Membran PVDF/PEG400-TiO<sub>2</sub> Konsentrasi PEG400 0 gram

#### E. Data dan Grafik XRD Membran PVDF/PEG400-TiO<sub>2</sub> Konsentrasi PEG400 2 gram

Description:  
20 Maret 2015

Original scan:  
Scan created:  
Description of scan:  
20 Maret 2015

Used wavelength:  
Wavelength (Å):

Peak search parameter set:  
Set created:  
Peak positions defined by:  
Minimum peak tip width (°2Theta):  
Maximum peak tip width (°2Theta):  
Peak base width (°2Theta):  
Minimum significance:

Membran HF PEG 2%  
1/1/90 06:45

K-Alpha  
1.54056

As Measured Intensities  
10/15/10 03:58  
Minimum of 2nd derivative  
0.00  
1.00  
2.00  
0.60

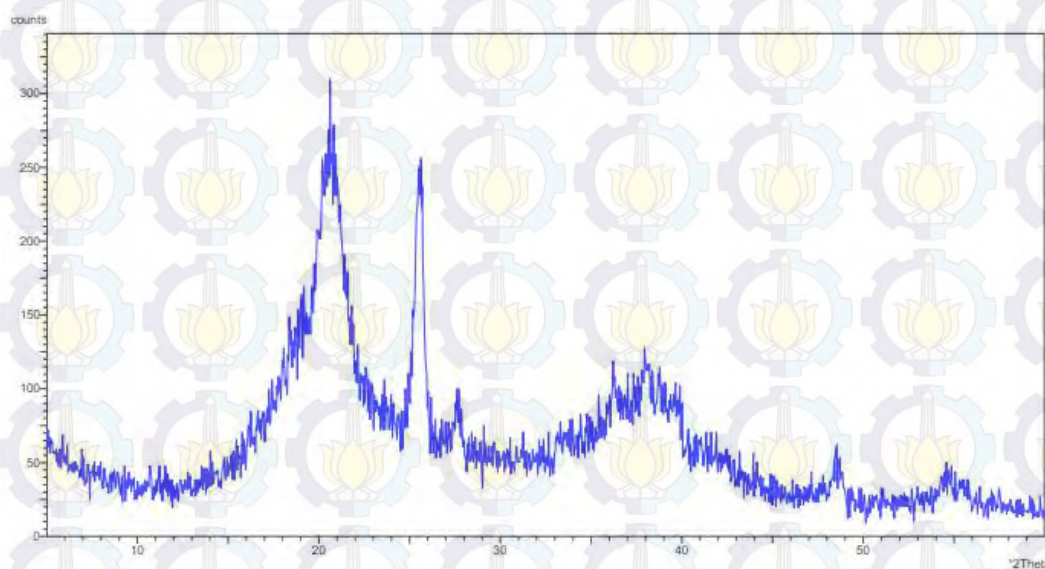


Tabel D.5. Data Hasil Uji XRD Membran PVDF/PEG400-TiO<sub>2</sub> Konsentrasi PEG400 2 gram

d-spacing (Å)	Relative Intensity (%)	Angle (°2Theta)	Peak Height (counts)	Background (counts)	Tip Width (°2Theta)	Significance
8.26050	10.57	10.70105	16.00	31.60	0.16000	0.63
3.46737	100.00	25.67078	151.35	69.98	0.24000	1.65
3.22532	20.39	27.63412	30.86	60.47	0.32000	0.78
2.47218	24.57	36.30886	37.18	64.22	0.48000	1.27
2.36373	35.34	38.03722	53.49	61.15	0.40000	0.89
2.26957	22.41	39.68000	33.92	58.24	0.48000	1.15

d-spacing (Å)	Relative Intensity (%)	Angle (°2Theta)	Peak Height (counts)	Background (counts)	Tip Width (°2Theta)	Significance
1.87362	17.26	48.55030	26.13	25.07	0.40000	1.03
1.68009	9.21	54.57749	13.94	24.40	0.48000	0.98

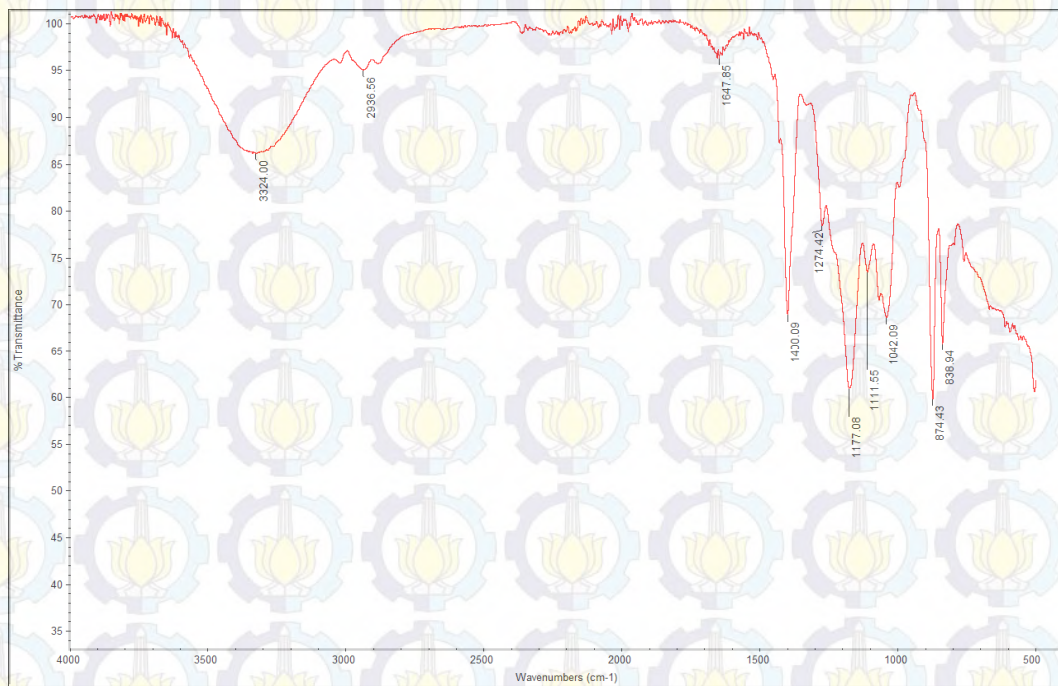


Gambar D.5. Difraktogram Membran PVDF/PEG400-TiO<sub>2</sub> Konsentrasi PEG400 2 gram

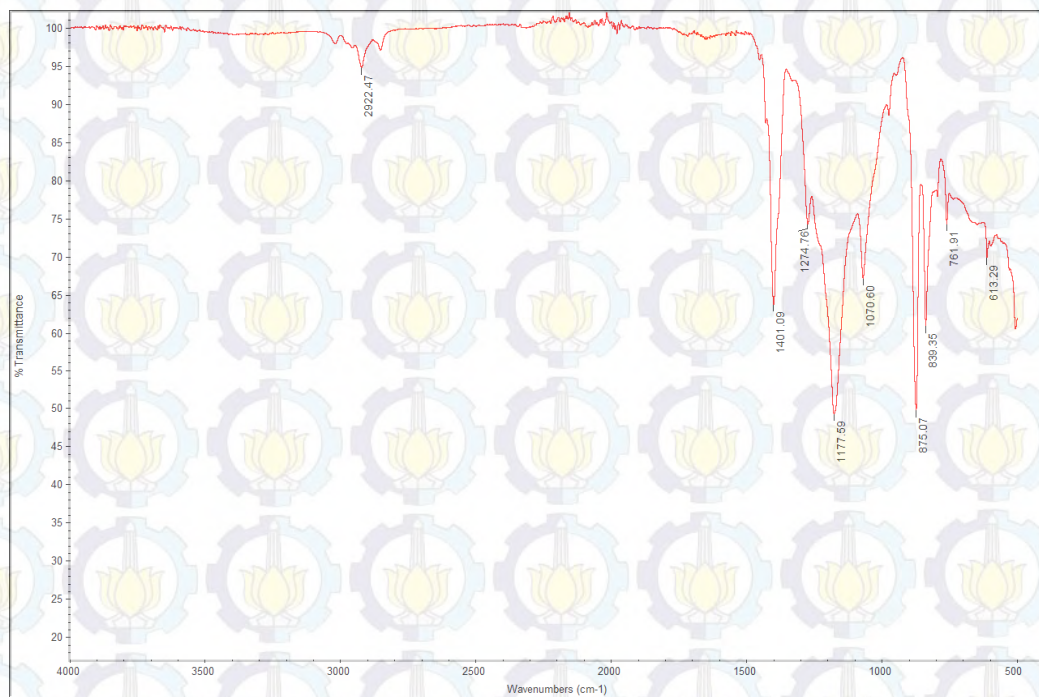


## LAMPIRAN E

### UJI FT-IR (*Fourier Transform Infra Red*)



Gambar E.1. Spektrum Membran PVDF/PEG400-TiO<sub>2</sub> Konsentrasi PEG400 0 gram

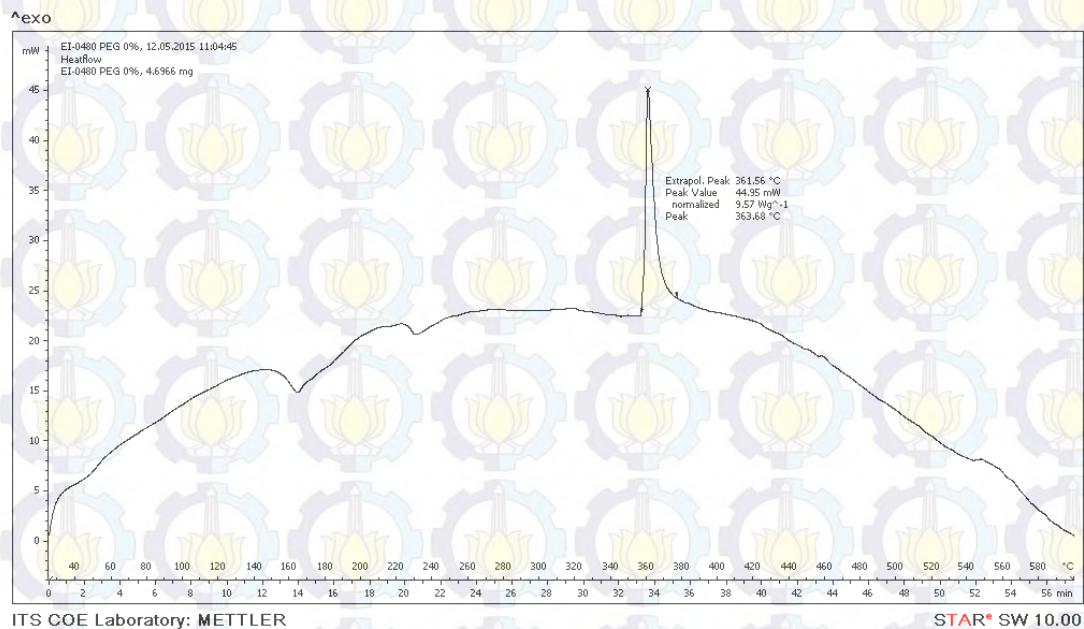


Gambar E.2. Spektrum Membran PVDF/PEG400-TiO<sub>2</sub> Konsentrasi PEG400 2 gram

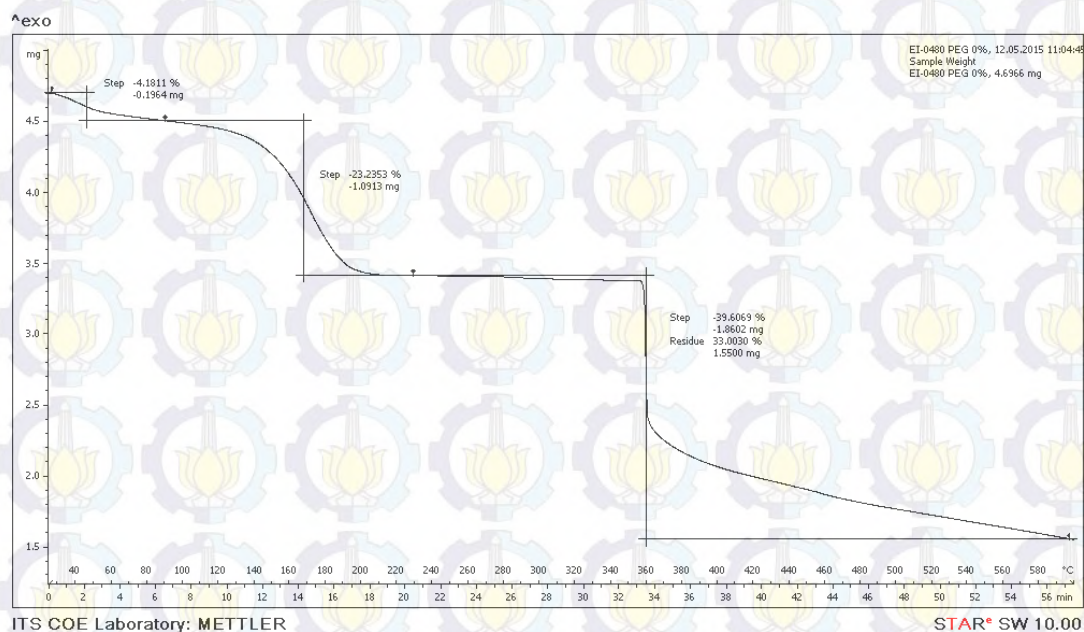


## LAMPIRAN F

### UJI DSC/TGA

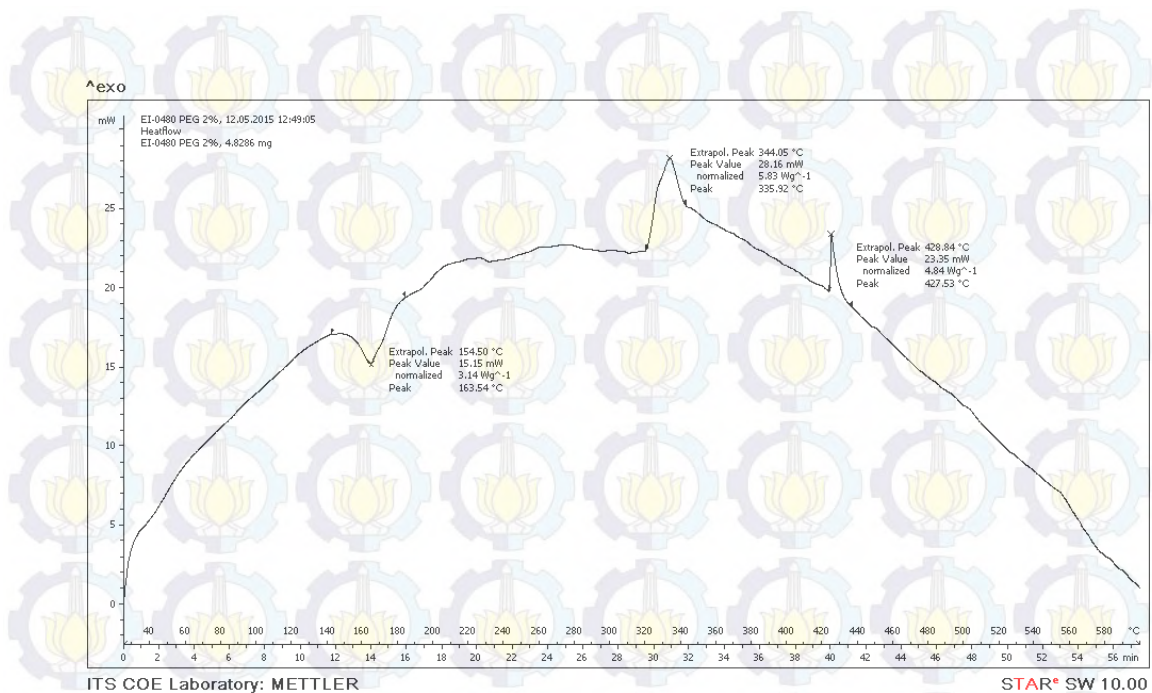


Gambar F.1. Termogram DSC Membran PVDF/PEG400-TiO<sub>2</sub> Konsentrasi PEG400 0 gram

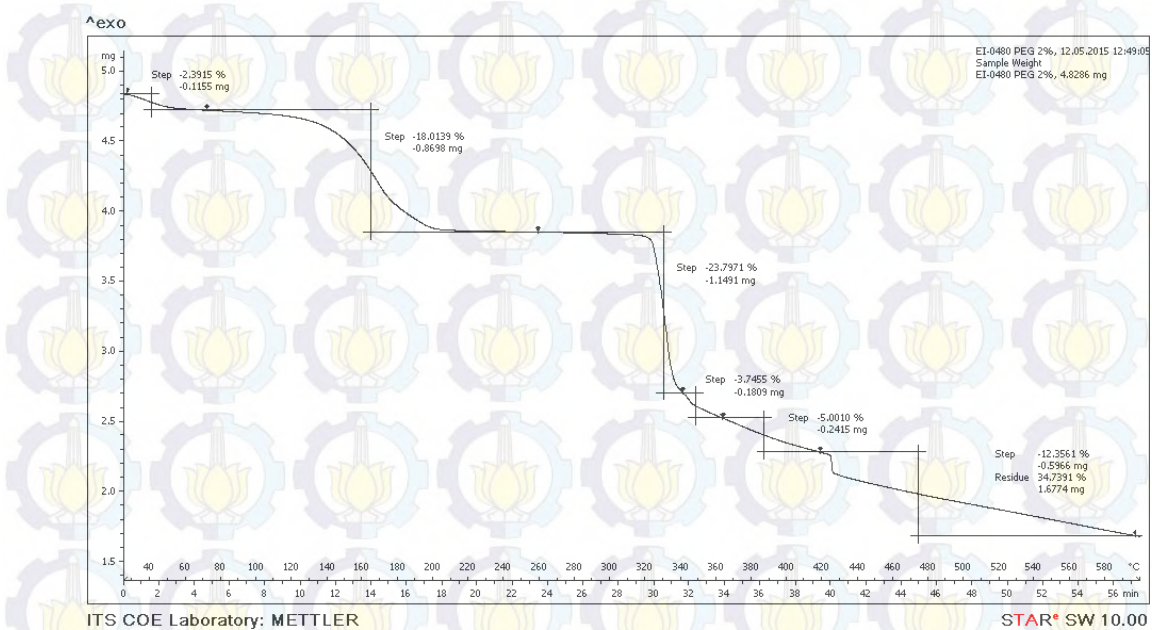


Gambar F.2. Termogram TGA Membran PVDF/PEG400-TiO<sub>2</sub> Konsentrasi PEG400 0 gram





Gambar F.3. Termogram DSC Membran PVDF/PEG400-TiO<sub>2</sub> Konsentrasi PEG400 2 gram



Gambar F.4. Termogram TGA Membran PVDF/PEG400-TiO<sub>2</sub> Konsentrasi PEG400 2 gram



## LAMPIRAN G

### UJI POROSITAS

Rumus yang digunakan:

$$\varepsilon = \frac{(W_{wet} - W_{dry})}{\frac{\rho_w}{(W_{wet} - W_{dry})} + \frac{W_{dry}}{\rho_p}} \times 100$$

Dimana:  
 $W_{wet}$  = Berat membran dalam keadaan basah (g)  
 $W_{dry}$  = Berat membran dalam keadaan kering (g)  
 $\rho_w$  = densitas air = 1 g/cm<sup>3</sup>  
 $\rho_p$  = densitas PVDF = 1,78 g/cm<sup>3</sup>

Tabel G.1. Hasil Uji Porositas Membran PVDF/PEG400-TiO<sub>2</sub> pada Variasi Konsentrasi PEG400

Konsentrasi PEG400	Pengukuran ke-	Berat basah (W wet)	Berat kering (W dry)	Porositas (%)	
0 gram	1	0,0074	0,0057	34,678	<b>46,488</b>
	2	0,0088	0,0053	54,033	
	3	0,0090	0,0057	50,752	
1 gram	1	0,0267	0,0098	75,428	<b>73,130</b>
	2	0,0265	0,0100	74,600	
	3	0,0234	0,0103	69,362	
2 gram	1	0,0328	0,0092	82,034	<b>78,863</b>
	2	0,0327	0,0129	73,205	
	3	0,0314	0,0091	81,350	
3 gram	1	0,0257	0,0097	74,594	<b>74,959</b>
	2	0,0245	0,0096	73,423	
	3	0,0278	0,0097	76,860	
4 gram	1	0,0196	0,0084	70,356	<b>63,848</b>
	2	0,0166	0,0076	67,824	
	3	0,0138	0,0084	53,364	



### Perhitungan:

#### 1. Konsentrasi PEG400 0 gram

$$\varepsilon = \frac{\frac{(W_{wet} - W_{dry})}{\rho_w}}{\frac{(W_{wet} - W_{dry})}{\rho_w} + \frac{W_{dry}}{\rho_p}} \times 100 = \frac{\frac{(0,0074 - 0,0057)}{1}}{\frac{(0,0074 - 0,0057)}{1} + \frac{0,0057}{1,78}} = \frac{0,0017}{0,0049} = 34,678 \%$$

$$\varepsilon = \frac{\frac{(W_{wet} - W_{dry})}{\rho_w}}{\frac{(W_{wet} - W_{dry})}{\rho_w} + \frac{W_{dry}}{\rho_p}} \times 100 = \frac{\frac{(0,0088 - 0,0053)}{1}}{\frac{(0,0088 - 0,0053)}{1} + \frac{0,0053}{1,78}} = \frac{0,0035}{0,0065} = 54,033 \%$$

$$\varepsilon = \frac{\frac{(W_{wet} - W_{dry})}{\rho_w}}{\frac{(W_{wet} - W_{dry})}{\rho_w} + \frac{W_{dry}}{\rho_p}} \times 100 = \frac{\frac{(0,0090 - 0,0057)}{1}}{\frac{(0,0090 - 0,0057)}{1} + \frac{0,0057}{1,78}} = \frac{0,0033}{0,0065} = 50,752 \%$$

#### 2. Konsentrasi PEG400 1 gram

$$\varepsilon = \frac{\frac{(W_{wet} - W_{dry})}{\rho_w}}{\frac{(W_{wet} - W_{dry})}{\rho_w} + \frac{W_{dry}}{\rho_p}} \times 100 = \frac{\frac{(0,0267 - 0,0098)}{1}}{\frac{(0,0267 - 0,0098)}{1} + \frac{0,0098}{1,78}} = \frac{0,0169}{0,0224} = 75,428 \%$$

$$\varepsilon = \frac{\frac{(W_{wet} - W_{dry})}{\rho_w}}{\frac{(W_{wet} - W_{dry})}{\rho_w} + \frac{W_{dry}}{\rho_p}} \times 100 = \frac{\frac{(0,0265 - 0,0100)}{1}}{\frac{(0,0265 - 0,0100)}{1} + \frac{0,0100}{1,78}} = \frac{0,0165}{0,0221} = 74,600 \%$$

$$\varepsilon = \frac{\frac{(W_{wet} - W_{dry})}{\rho_w}}{\frac{(W_{wet} - W_{dry})}{\rho_w} + \frac{W_{dry}}{\rho_p}} \times 100 = \frac{\frac{(0,0234 - 0,0103)}{1}}{\frac{(0,0234 - 0,0103)}{1} + \frac{0,0103}{1,78}} = \frac{0,0131}{0,0189} = 69,362 \%$$



### 3. Konsentrasi PEG400 2 gram

$$\varepsilon = \frac{\frac{(W_{wet} - W_{dry})}{\rho_w}}{\frac{(W_{wet} - W_{dry})}{\rho_w} + \frac{W_{dry}}{\rho_p}} \times 100 = \frac{\frac{(0,0328 - 0,0092)}{1}}{\frac{(0,0328 - 0,0092)}{1} + \frac{0,0092}{1,78}} = \frac{0,0236}{0,0288} = 82,034 \%$$

$$\varepsilon = \frac{\frac{(W_{wet} - W_{dry})}{\rho_w}}{\frac{(W_{wet} - W_{dry})}{\rho_w} + \frac{W_{dry}}{\rho_p}} \times 100 = \frac{\frac{(0,0327 - 0,00129)}{1}}{\frac{(0,0327 - 0,00129)}{1} + \frac{0,0129}{1,78}} = \frac{0,0198}{0,0270} = 73,205 \%$$

$$\varepsilon = \frac{\frac{(W_{wet} - W_{dry})}{\rho_w}}{\frac{(W_{wet} - W_{dry})}{\rho_w} + \frac{W_{dry}}{\rho_p}} \times 100 = \frac{\frac{(0,0314 - 0,0091)}{1}}{\frac{(0,0314 - 0,0091)}{1} + \frac{0,0091}{1,78}} = \frac{0,0314}{0,0091} = 81,350 \%$$

### 4. Konsentrasi PEG400 3 gram

$$\varepsilon = \frac{\frac{(W_{wet} - W_{dry})}{\rho_w}}{\frac{(W_{wet} - W_{dry})}{\rho_w} + \frac{W_{dry}}{\rho_p}} \times 100 = \frac{\frac{(0,0257 - 0,0097)}{1}}{\frac{(0,0257 - 0,0097)}{1} + \frac{0,0097}{1,78}} = \frac{0,0160}{0,0214} = 74,594 \%$$

$$\varepsilon = \frac{\frac{(W_{wet} - W_{dry})}{\rho_w}}{\frac{(W_{wet} - W_{dry})}{\rho_w} + \frac{W_{dry}}{\rho_p}} \times 100 = \frac{\frac{(0,0245 - 0,0096)}{1}}{\frac{(0,0245 - 0,0096)}{1} + \frac{0,0096}{1,78}} = \frac{0,0149}{0,0203} = 73,423 \%$$

$$\varepsilon = \frac{\frac{(W_{wet} - W_{dry})}{\rho_w}}{\frac{(W_{wet} - W_{dry})}{\rho_w} + \frac{W_{dry}}{\rho_p}} \times 100 = \frac{\frac{(0,0278 - 0,0097)}{1}}{\frac{(0,0278 - 0,0097)}{1} + \frac{0,0097}{1,78}} = \frac{0,0181}{0,0235} = 76,860 \%$$



## 5. Konsentrasi PEG400 4 gram

$$\varepsilon = \frac{\frac{(W_{wet} - W_{dry})}{\rho_w}}{\frac{(W_{wet} - W_{dry})}{\rho_w} + \frac{W_{dry}}{\rho_p}} \times 100 = \frac{\frac{(0,0196 - 0,0084)}{1}}{\frac{(0,0196 - 0,0084)}{1} + \frac{0,0084}{1,78}} = \frac{0,0112}{0,0159} = 70,356 \%$$

$$\varepsilon = \frac{\frac{(W_{wet} - W_{dry})}{\rho_w}}{\frac{(W_{wet} - W_{dry})}{\rho_w} + \frac{W_{dry}}{\rho_p}} \times 100 = \frac{\frac{(0,0166 - 0,0076)}{1}}{\frac{(0,0166 - 0,0076)}{1} + \frac{0,0076}{1,78}} = \frac{0,0090}{0,0133} = 67,824 \%$$

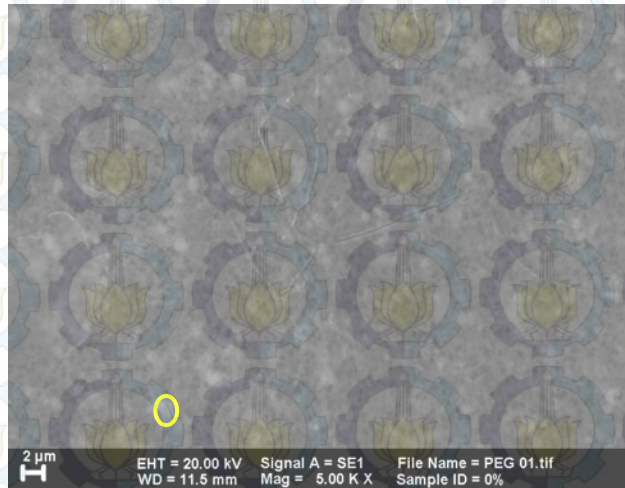
$$\varepsilon = \frac{\frac{(W_{wet} - W_{dry})}{\rho_w}}{\frac{(W_{wet} - W_{dry})}{\rho_w} + \frac{W_{dry}}{\rho_p}} \times 100 = \frac{\frac{(0,0138 - 0,0084)}{1}}{\frac{(0,0138 - 0,0084)}{1} + \frac{0,0084}{1,78}} = \frac{0,0054}{0,0101} = 53,364 \%$$



## LAMPIRAN H

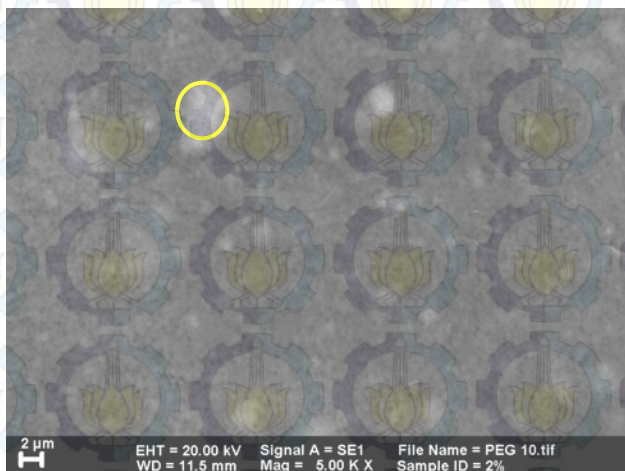
### UJI MORFOLOGI MEMBRAN

#### A. Hasil Uji SEM Permukaan Membran PVDF/PEG400-TiO<sub>2</sub>



Gambar H.1. Hasil Uji SEM Permukaan Membran PVDF/PEG400-TiO<sub>2</sub> pada Konsentrasi PEG400 0 gram

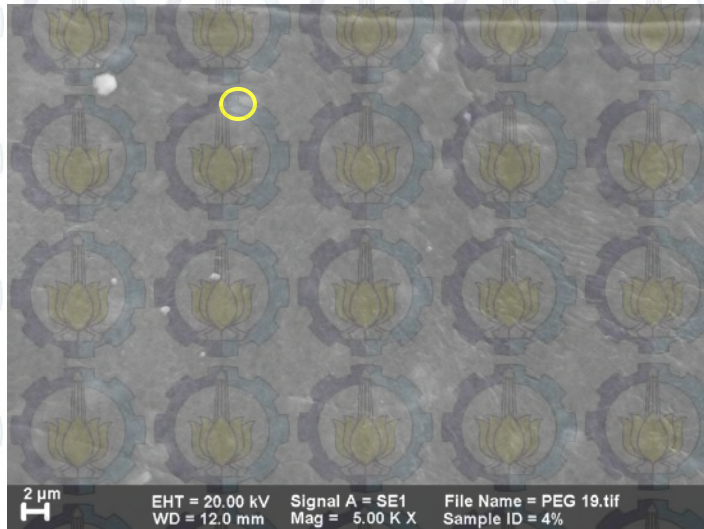
$$\begin{aligned} \text{Pori membran} &= \frac{\text{ukuran pori membran}}{\text{ukuran skala SEM}} \times \text{besarnya skala SEM} \\ &= \frac{0,5 \text{ cm}}{0,7 \text{ cm}} \times 2 \mu\text{m} = 1,429 \mu\text{m} \end{aligned}$$



Gambar H.2. Hasil Uji SEM Permukaan Membran PVDF/PEG400-TiO<sub>2</sub> pada Konsentrasi PEG400 2 gram



$$\begin{aligned} \text{Pori membran} &= \frac{\text{ukuran pori membran}}{\text{ukuran skala SEM}} \times \text{besarnya skala SEM} \\ &= \frac{0,8 \text{ cm}}{0,7 \text{ cm}} \times 2 \mu\text{m} = 2,286 \mu\text{m} \end{aligned}$$

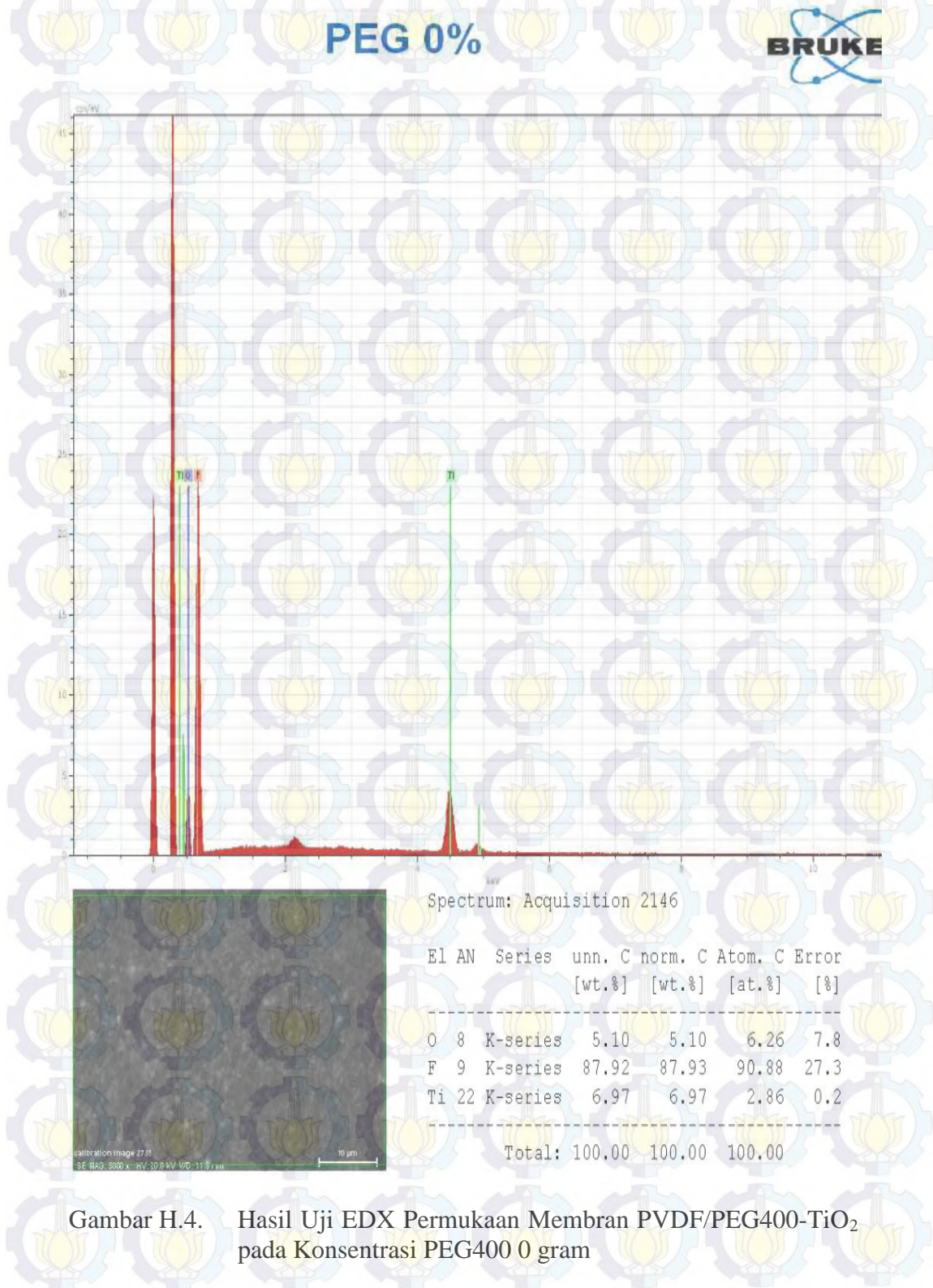


Gambar H.3. Hasil Uji SEM Permukaan Membran PVDF/PEG400-TiO<sub>2</sub> pada Konsentrasi PEG400 4 gram

$$\begin{aligned} \text{Pori membran} &= \frac{\text{ukuran pori membran}}{\text{ukuran skala SEM}} \times \text{besarnya skala SEM} \\ &= \frac{0,6 \text{ cm}}{0,7 \text{ cm}} \times 2 \mu\text{m} = 1,714 \mu\text{m} \end{aligned}$$

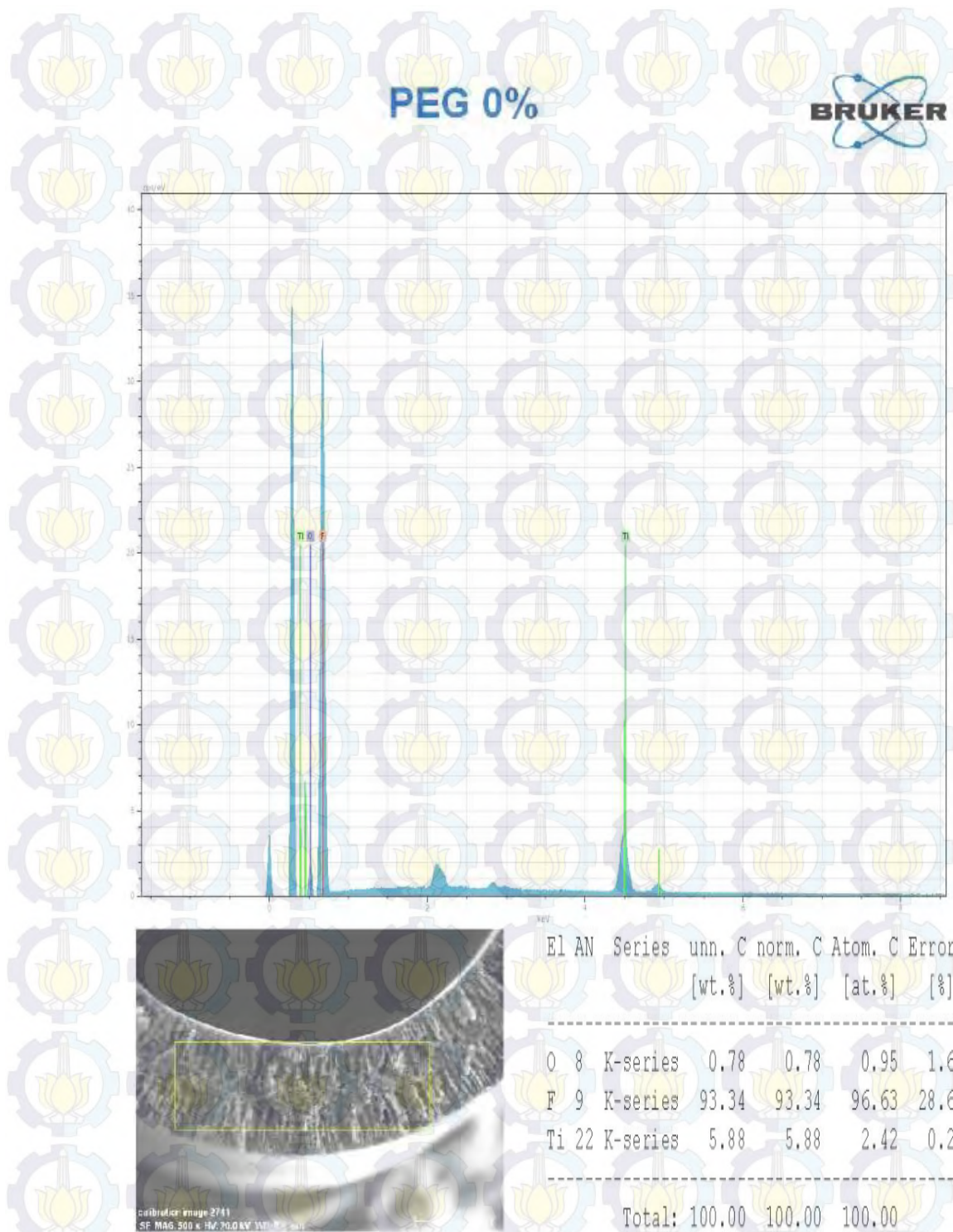


## B. Hasil Uji EDX Membran PVDF/PEG400-TiO<sub>2</sub> pada Permukaan dan Penampang Lintang Membran



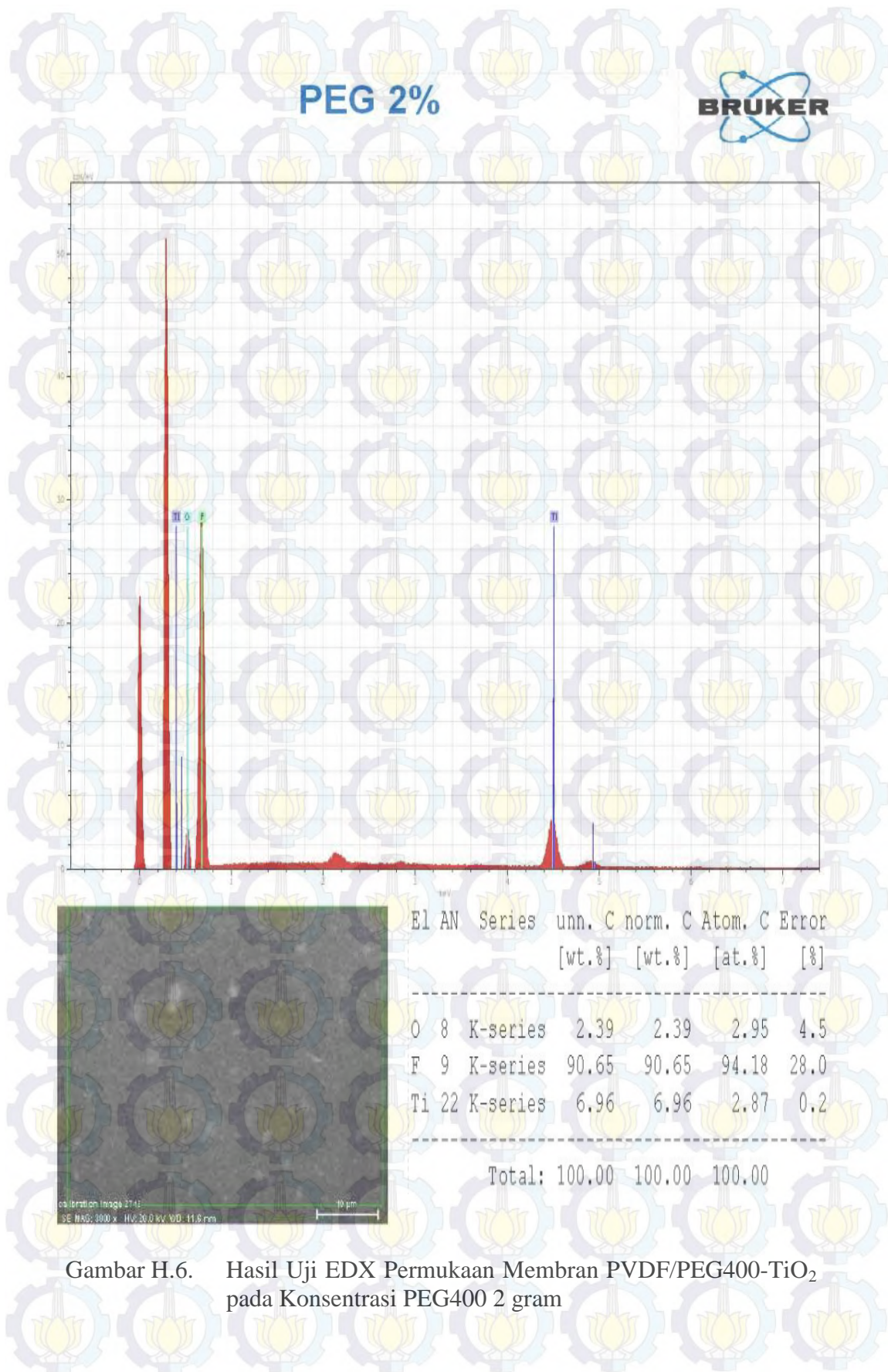
Gambar H.4. Hasil Uji EDX Permukaan Membran PVDF/PEG400-TiO<sub>2</sub> pada Konsentrasi PEG400 0 gram





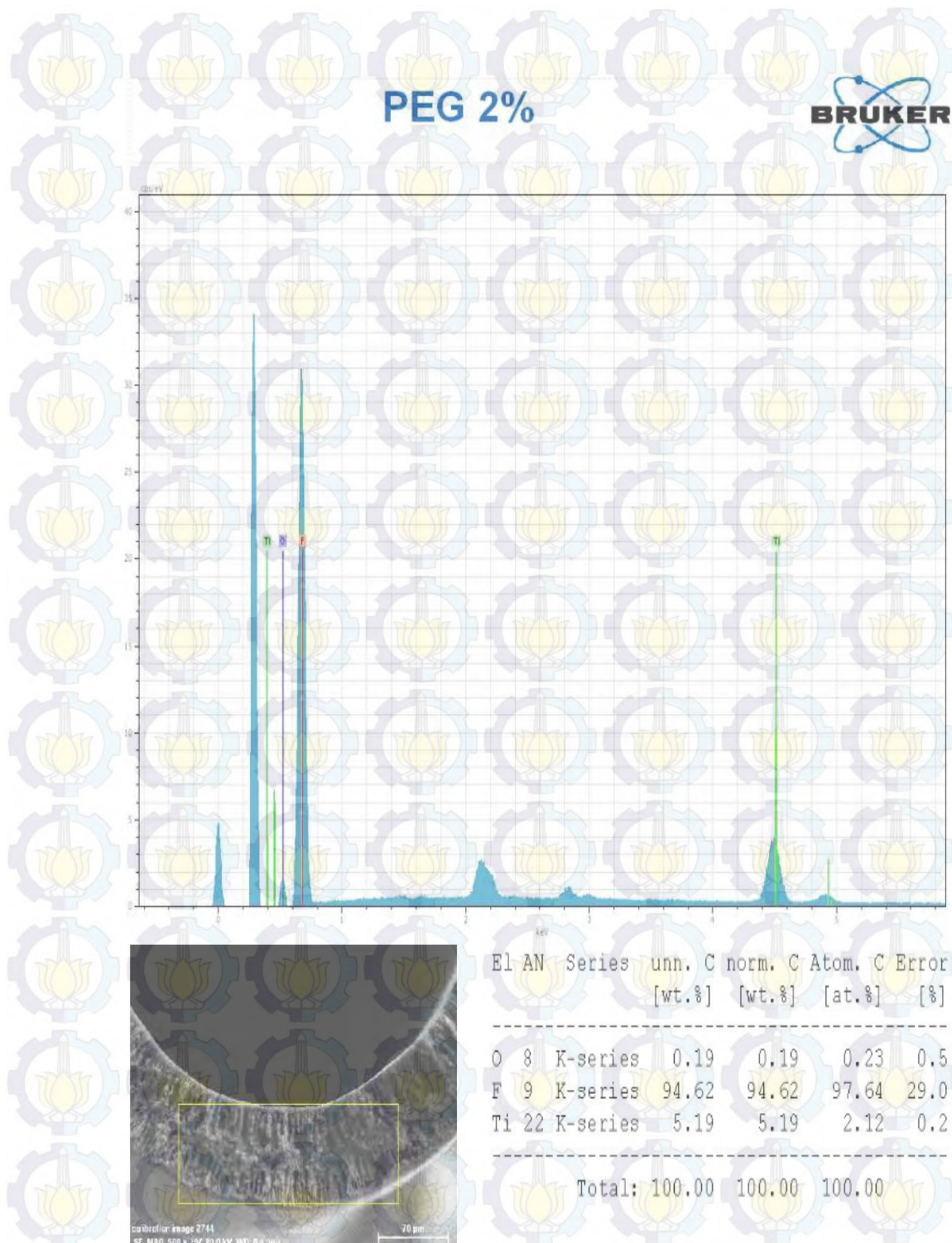
Gambar H.5. Hasil Uji EDX Penampang Lintang Membran PVDF/PEG400-TiO<sub>2</sub> pada Konsentrasi PEG400 0 gram





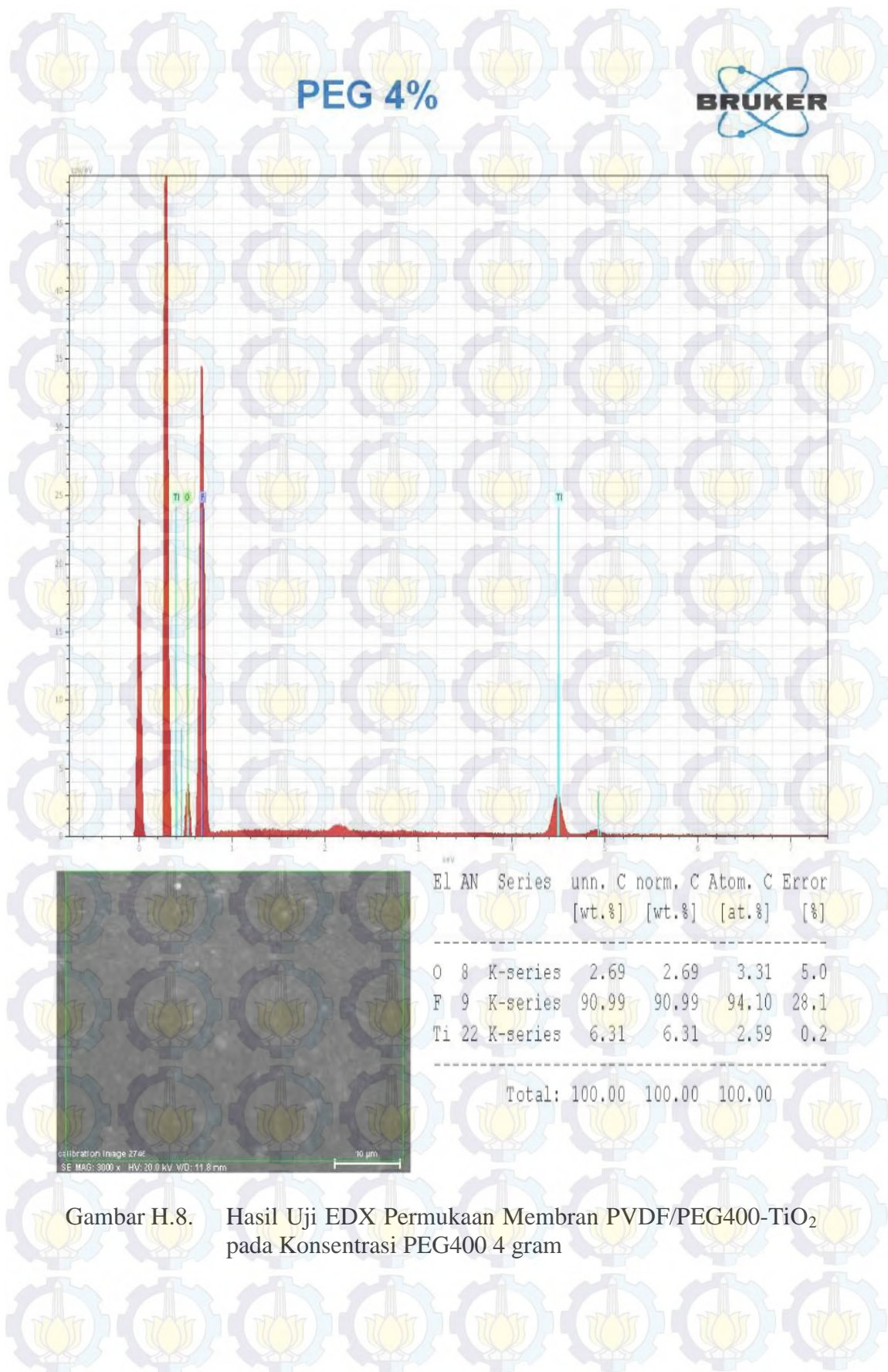
Gambar H.6. Hasil Uji EDX Permukaan Membran PVDF/PEG400-TiO<sub>2</sub> pada Konsentrasi PEG400 2 gram





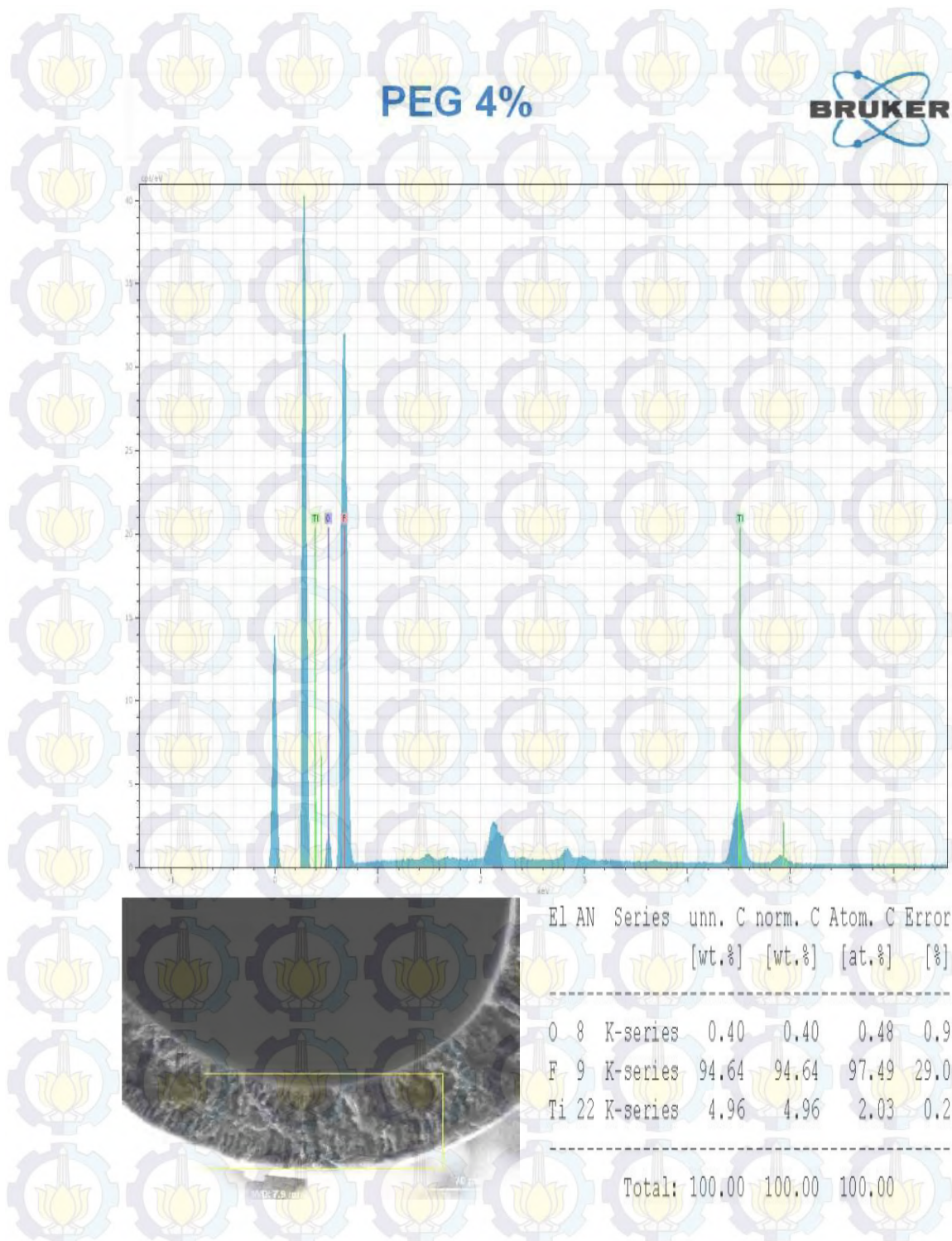
Gambar H.7. Hasil Uji EDX Penampang Lintang Membran PVDF/PEG400-TiO<sub>2</sub> pada Konsentrasi PEG400 2 gram





Gambar H.8. Hasil Uji EDX Permukaan Membran PVDF/PEG400-TiO<sub>2</sub> pada Konsentrasi PEG400 4 gram





Gambar H.9. Hasil Uji EDX Penampang Lintang Membran PVDF/PEG400-TiO<sub>2</sub> pada Konsentrasi PEG400 4 gram



## LAMPIRAN I

### FLUKS DAN REJEKSI MEMBRAN

$$J = \frac{V}{A \times t}$$

Keterangan: J = Fluks membran (L/m<sup>2</sup>.h)  
A = Luas membran (m<sup>2</sup>)  
t = Waktu (jam)

Tabel I.1. Hasil Pengukuran Fluks Air Murni Membran PVDF/PEG400-TiO<sub>2</sub> pada Variasi Konsentrasi PEG400

Konsentrasi PEG400	Volume (L)	Luas membran (m <sup>2</sup> )	Waktu (jam)	Fluks (L/m <sup>2</sup> .h)
0 gram	0,0044	0,000722	0,167	36,5550
	0,0086	0,000722	0,333	35,7242
	0,0128	0,000722	0,500	35,4472
	0,0169	0,000722	0,667	35,1011
	0,0209	0,000722	0,833	34,7272
	0,0248	0,000722	1	34,3395
				<b>35,3157</b>
1 gram	0,0067	0,000722	0,167	55,6633
	0,0135	0,000722	0,333	56,0786
	0,0201	0,000722	0,500	55,6633
	0,0260	0,000722	0,667	54,0017
	0,0322	0,000722	0,833	53,5032
	0,0381	0,000722	1	52,7555
				<b>54,6109</b>
2 gram	0,0089	0,000722	0,167	73,9407
	0,0175	0,000722	0,333	72,6945
	0,0261	0,000722	0,500	72,2791
	0,0344	0,000722	0,667	71,4484
	0,0427	0,000722	0,833	70,9499
	0,0508	0,000722	1	70,3406
				<b>71,9422</b>
3 gram	0,0075	0,000722	0,167	62,3096
	0,0149	0,000722	0,333	61,8942
	0,0221	0,000722	0,500	61,2019
	0,0292	0,000722	0,667	60,6480
	0,0361	0,000722	0,833	59,9834
	0,0421	0,000722	1	58,2941
				<b>60,7129</b>
4 gram	0,0073	0,000722	0,167	60,6480
	0,0143	0,000722	0,333	59,4018
	0,0212	0,000722	0,500	58,7095
	0,0279	0,000722	0,667	57,9479
	0,0344	0,000722	0,833	57,1587
	0,0408	0,000722	1	56,4940
				<b>58,3933</b>



### Perhitungan:

#### 1. Konsentrasi PEG400 0 gram

$$J = \frac{V}{A \times t} = \frac{0,0044}{0,000722 \times 0,167} = 36,5550 \text{ L/m}^2 \cdot \text{h}$$

$$J = \frac{V}{A \times t} = \frac{0,0086}{0,000722 \times 0,333} = 35,7242 \text{ L/m}^2 \cdot \text{h}$$

$$J = \frac{V}{A \times t} = \frac{0,0128}{0,000722 \times 0,500} = 35,4472 \text{ L/m}^2 \cdot \text{h}$$

$$J = \frac{V}{A \times t} = \frac{0,0169}{0,000722 \times 0,667} = 35,1011 \text{ L/m}^2 \cdot \text{h}$$

$$J = \frac{V}{A \times t} = \frac{0,0209}{0,000722 \times 0,833} = 34,7272 \text{ L/m}^2 \cdot \text{h}$$

$$J = \frac{V}{A \times t} = \frac{0,0248}{0,000722 \times 1} = 34,3395 \text{ L/m}^2 \cdot \text{h}$$

#### 2. Konsentrasi PEG400 1 gram

$$J = \frac{V}{A \times t} = \frac{0,0069}{0,000722 \times 0,167} = 57,3248 \text{ L/m}^2 \cdot \text{h}$$

$$J = \frac{V}{A \times t} = \frac{0,0135}{0,000722 \times 0,333} = 56,0786 \text{ L/m}^2 \cdot \text{h}$$

$$J = \frac{V}{A \times t} = \frac{0,0201}{0,000722 \times 0,500} = 55,6633 \text{ L/m}^2 \cdot \text{h}$$

$$J = \frac{V}{A \times t} = \frac{0,0260}{0,000722 \times 0,667} = 54,0017 \text{ L/m}^2 \cdot \text{h}$$



$$J = \frac{V}{A \times t} = \frac{0,0322}{0,000722 \times 0,833} = 53,5032 \text{ L} / \text{m}^2 . \text{h}$$

$$J = \frac{V}{A \times t} = \frac{0,0381}{0,000722 \times 1} = 52,7555 \text{ L} / \text{m}^2 . \text{h}$$

### 3. Konsentrasi PEG400 2 gram

$$J = \frac{V}{A \times t} = \frac{0,0089}{0,000722 \times 0,167} = 73,9407 \text{ L} / \text{m}^2 . \text{h}$$

$$J = \frac{V}{A \times t} = \frac{0,0175}{0,000722 \times 0,333} = 72,6945 \text{ L} / \text{m}^2 . \text{h}$$

$$J = \frac{V}{A \times t} = \frac{0,0261}{0,000722 \times 0,500} = 72,2791 \text{ L} / \text{m}^2 . \text{h}$$

$$J = \frac{V}{A \times t} = \frac{0,0344}{0,000722 \times 0,667} = 71,4484 \text{ L} / \text{m}^2 . \text{h}$$

$$J = \frac{V}{A \times t} = \frac{0,0427}{0,000722 \times 0,833} = 70,9499 \text{ L} / \text{m}^2 . \text{h}$$

$$J = \frac{V}{A \times t} = \frac{0,0508}{0,000722 \times 1} = 70,3406 \text{ L} / \text{m}^2 . \text{h}$$

### 4. Konsentrasi PEG400 3 gram

$$J = \frac{V}{A \times t} = \frac{0,0075}{0,000722 \times 0,167} = 62,3096 \text{ L} / \text{m}^2 . \text{h}$$

$$J = \frac{V}{A \times t} = \frac{0,0149}{0,000722 \times 0,333} = 61,8492 \text{ L} / \text{m}^2 . \text{h}$$

$$J = \frac{V}{A \times t} = \frac{0,0221}{0,000722 \times 0,500} = 61,2019 \text{ L} / \text{m}^2 . \text{h}$$



$$J = \frac{V}{A \times t} = \frac{0,0292}{0,000722 \times 0,667} = 60,6480 L / m^2 .h$$

$$J = \frac{V}{A \times t} = \frac{0,0361}{0,000722 \times 0,833} = 59,9834 L / m^2 .h$$

$$J = \frac{V}{A \times t} = \frac{0,0421}{0,000722 \times 1} = 58,2941 L / m^2 .h$$

#### 5. Konsentrasi PEG400 4 gram

$$J = \frac{V}{A \times t} = \frac{0,0073}{0,000722 \times 0,167} = 60,6480 L / m^2 .h$$

$$J = \frac{V}{A \times t} = \frac{0,0143}{0,000722 \times 0,333} = 59,4018 L / m^2 .h$$

$$J = \frac{V}{A \times t} = \frac{0,0212}{0,000722 \times 0,500} = 58,7095 L / m^2 .h$$

$$J = \frac{V}{A \times t} = \frac{0,0279}{0,000722 \times 0,667} = 57,9479 L / m^2 .h$$

$$J = \frac{V}{A \times t} = \frac{0,0344}{0,000722 \times 0,833} = 57,1587 L / m^2 .h$$

$$J = \frac{V}{A \times t} = \frac{0,0408}{0,000722 \times 1} = 56,4940 L / m^2 .h$$



Tabel I.2. Hasil Pengukuran Fluks Membran PVDF/PEG400-TiO<sub>2</sub> pada Variasi Konsentrasi PEG400

Konsentrasi PEG400	Volume (L)	Luas membran (m <sup>2</sup> )	Waktu (jam)	Fluks (L/m <sup>2</sup> .h)
0 gram	0,047	0,001444	1	32,5395
	0,093	0,001444	2	32,1933
	0,138	0,001444	3	31,8471
	0,183	0,001444	4	31,6741
				<b>32,0635</b>
1 gram	0,075	0,001444	1	51,9247
	0,148	0,001444	2	51,2323
	0,218	0,001444	3	50,3092
	0,287	0,001444	4	49,6746
				<b>50,7852</b>
2 gram	0,099	0,001444	1	68,5406
	0,195	0,001444	2	67,5021
	0,292	0,001444	3	67,3867
	0,385	0,001444	4	66,6367
				<b>67,5165</b>
3 gram	0,086	0,001444	1	59,5403
	0,168	0,001444	2	58,1556
	0,246	0,001444	3	56,7710
	0,324	0,001444	4	56,0786
				<b>57,6364</b>
4 gram	0,080	0,001444	1	55,3863
	0,158	0,001444	2	54,6940
	0,234	0,001444	3	54,0017
	0,309	0,001444	4	53,4824
				<b>54,3911</b>

### Perhitungan:

#### 1. Konsentrasi PEG400 0 gram

$$J = \frac{V}{A \times t} = \frac{0,047}{0,001444 \times 1} = 32,5395 \text{ L/m}^2 \cdot \text{h}$$

$$J = \frac{V}{A \times t} = \frac{0,093}{0,001444 \times 2} = 32,1933 \text{ L/m}^2 \cdot \text{h}$$

$$J = \frac{V}{A \times t} = \frac{0,138}{0,001444 \times 3} = 31,8471 \text{ L/m}^2 \cdot \text{h}$$

$$J = \frac{V}{A \times t} = \frac{0,183}{0,001444 \times 4} = 31,6741 \text{ L/m}^2 \cdot \text{h}$$



## 2. Konsentrasi PEG400 1 gram

$$J = \frac{V}{A \times t} = \frac{0,075}{0,001444 \times 1} = 51,9247 \text{ L/m}^2 \cdot h$$

$$J = \frac{V}{A \times t} = \frac{0,148}{0,001444 \times 2} = 51,2323 \text{ L/m}^2 \cdot h$$

$$J = \frac{V}{A \times t} = \frac{0,218}{0,001444 \times 3} = 50,3092 \text{ L/m}^2 \cdot h$$

$$J = \frac{V}{A \times t} = \frac{0,287}{0,001444 \times 4} = 49,6746 \text{ L/m}^2 \cdot h$$

## 3. Konsentrasi PEG400 2 gram

$$J = \frac{V}{A \times t} = \frac{0,099}{0,001444 \times 1} = 68,5406 \text{ L/m}^2 \cdot h$$

$$J = \frac{V}{A \times t} = \frac{0,195}{0,001444 \times 2} = 67,5021 \text{ L/m}^2 \cdot h$$

$$J = \frac{V}{A \times t} = \frac{0,292}{0,001444 \times 3} = 67,3867 \text{ L/m}^2 \cdot h$$

$$J = \frac{V}{A \times t} = \frac{0,385}{0,001444 \times 4} = 66,6367 \text{ L/m}^2 \cdot h$$

## 4. Konsentrasi PEG400 3 gram

$$J = \frac{V}{A \times t} = \frac{0,086}{0,001444 \times 1} = 59,5403 \text{ L/m}^2 \cdot h$$

$$J = \frac{V}{A \times t} = \frac{0,195}{0,001444 \times 2} = 58,1556 \text{ L/m}^2 \cdot h$$



$$J = \frac{V}{A \times t} = \frac{0,246}{0,001444 \times 3} = 56,7710 \text{ L} / \text{m}^2 . \text{h}$$

$$J = \frac{V}{A \times t} = \frac{0,324}{0,001444 \times 4} = 56,0786 \text{ L} / \text{m}^2 . \text{h}$$

##### 5. Konsentrasi PEG400 4 gram

$$J = \frac{V}{A \times t} = \frac{0,080}{0,001444 \times 1} = 55,3863 \text{ L} / \text{m}^2 . \text{h}$$

$$J = \frac{V}{A \times t} = \frac{0,158}{0,001444 \times 2} = 54,6940 \text{ L} / \text{m}^2 . \text{h}$$

$$J = \frac{V}{A \times t} = \frac{0,234}{0,001444 \times 3} = 54,0017 \text{ L} / \text{m}^2 . \text{h}$$

$$J = \frac{V}{A \times t} = \frac{0,309}{0,001444 \times 4} = 53,4824 \text{ L} / \text{m}^2 . \text{h}$$



Tabel I.3. Hasil Pengukuran Fluks Membran PVDF/PEG400-TiO<sub>2</sub> pada Variasi Konsentrasi Limbah Sintetik Air-Minyak

Konsentrasi Limbah Sintetik Air-Minyak	Volume (L)	Luas membran (m <sup>2</sup> )	Waktu (jam)	Fluks (L/m <sup>2</sup> .h)
90 ppm	0,098	0,001444	1	67,8482
	0,195	0,001444	2	67,5021
	0,292	0,001444	3	67,3867
	0,389	0,001444	4	67,3290
	0,475	0,001444	5	65,7713
	0,562	0,001444	6	64,8481
	0,651	0,001444	7	64,3866
	0,738	0,001444	8	63,8673
				<b>66,1174</b>
125 ppm	0,092	0,001444	1	63,6943
	0,183	0,001444	2	63,3481
	0,274	0,001444	3	63,2327
	0,364	0,001444	4	63,0019
	0,447	0,001444	5	61,8942
	0,532	0,001444	6	61,3865
	0,615	0,001444	7	60,8260
	0,692	0,001444	8	59,8865
				<b>62,1588</b>
160 ppm	0,088	0,001444	1	60,9250
	0,175	0,001444	2	60,5788
	0,262	0,001444	3	60,4634
	0,349	0,001444	4	60,4057
	0,427	0,001444	5	59,1249
	0,511	0,001444	6	58,9634
	0,592	0,001444	7	58,5513
	0,673	0,001444	8	58,2422
				<b>59,6658</b>

**Perhitungan:**

**1. Konsentrasi Limbah Sintetik Air-Minyak 90 ppm**

$$J = \frac{V}{A \times t} = \frac{0,098}{0,001444 \times 1} = 67,8482 \text{ L/m}^2 \cdot \text{h}$$

$$J = \frac{V}{A \times t} = \frac{0,195}{0,001444 \times 2} = 67,5021 \text{ L/m}^2 \cdot \text{h}$$

$$J = \frac{V}{A \times t} = \frac{0,292}{0,001444 \times 3} = 67,3867 \text{ L/m}^2 \cdot \text{h}$$



$$J = \frac{V}{A \times t} = \frac{0,389}{0,001444 \times 4} = 67,3290 L / m^2 .h$$

$$J = \frac{V}{A \times t} = \frac{0,475}{0,001444 \times 5} = 65,7713 L / m^2 .h$$

$$J = \frac{V}{A \times t} = \frac{0,562}{0,001444 \times 6} = 64,8481 L / m^2 .h$$

$$J = \frac{V}{A \times t} = \frac{0,651}{0,001444 \times 7} = 64,3866 L / m^2 .h$$

$$J = \frac{V}{A \times t} = \frac{0,738}{0,001444 \times 8} = 63,8673 L / m^2 .h$$

## 2. Konsentrasi Limbah Sintetik Air-Minyak 125 ppm

$$J = \frac{V}{A \times t} = \frac{0,092}{0,001444 \times 1} = 63,6943 L / m^2 .h$$

$$J = \frac{V}{A \times t} = \frac{0,183}{0,001444 \times 2} = 63,3481 L / m^2 .h$$

$$J = \frac{V}{A \times t} = \frac{0,274}{0,001444 \times 3} = 63,2327 L / m^2 .h$$

$$J = \frac{V}{A \times t} = \frac{0,364}{0,001444 \times 4} = 63,0019 L / m^2 .h$$

$$J = \frac{V}{A \times t} = \frac{0,447}{0,001444 \times 5} = 61,8942 L / m^2 .h$$

$$J = \frac{V}{A \times t} = \frac{0,532}{0,001444 \times 6} = 61,3865 L / m^2 .h$$

$$J = \frac{V}{A \times t} = \frac{0,615}{0,001444 \times 7} = 60,8260 L / m^2 .h$$



$$J = \frac{V}{A \times t} = \frac{0,692}{0,001444 \times 8} = 59,8865 \text{ L/m}^2 \cdot \text{h}$$

### 3. Konsentrasi Limbah Sintetik Air-Minyak 160 ppm

$$J = \frac{V}{A \times t} = \frac{0,088}{0,001444 \times 1} = 60,9250 \text{ L/m}^2 \cdot \text{h}$$

$$J = \frac{V}{A \times t} = \frac{0,175}{0,001444 \times 2} = 60,5788 \text{ L/m}^2 \cdot \text{h}$$

$$J = \frac{V}{A \times t} = \frac{0,262}{0,001444 \times 3} = 60,4364 \text{ L/m}^2 \cdot \text{h}$$

$$J = \frac{V}{A \times t} = \frac{0,349}{0,001444 \times 4} = 60,4057 \text{ L/m}^2 \cdot \text{h}$$

$$J = \frac{V}{A \times t} = \frac{0,427}{0,001444 \times 5} = 59,1249 \text{ L/m}^2 \cdot \text{h}$$

$$J = \frac{V}{A \times t} = \frac{0,511}{0,001444 \times 6} = 58,9634 \text{ L/m}^2 \cdot \text{h}$$

$$J = \frac{V}{A \times t} = \frac{0,592}{0,001444 \times 7} = 58,5513 \text{ L/m}^2 \cdot \text{h}$$

$$J = \frac{V}{A \times t} = \frac{0,673}{0,001444 \times 8} = 58,2422 \text{ L/m}^2 \cdot \text{h}$$



### Perhitungan Nilai Rejeksi

$$R = \left(1 - \frac{C_p}{C_f}\right) \times 100$$

Keterangan: R = Rejeksi membran (%)  
C<sub>p</sub> = Konsentrasi permeat (ppm)  
C<sub>f</sub> = Konsentrasi *feed* atau umpan (ppm)

Tabel I.4. Hasil Pengukuran Rejeksi Membran PVDF/PEG400-TiO<sub>2</sub> pada Variasi Konsentrasi PEG400

Konsentrasi PEG400	C <sub>p</sub> (ppm)	C <sub>f</sub> (ppm)	Rejeksi (%)
0 gram	90	1,54	98,29
1 gram	90	3,27	96,37
2 gram	90	2,71	96,99
3 gram	90	3,58	96,02
4 gram	90	3,81	95,77

### Perhitungan:

#### 1. Konsentrasi PEG400 0 gram

$$R = \left(1 - \frac{C_p}{C_f}\right) \times 100 = \left(1 - \frac{90}{1,54}\right) \times 100 = 98,29\%$$

#### 2. Konsentrasi PEG400 1 gram

$$R = \left(1 - \frac{C_p}{C_f}\right) \times 100 = \left(1 - \frac{90}{3,27}\right) \times 100 = 96,37\%$$

#### 3. Konsentrasi PEG400 2 gram

$$R = \left(1 - \frac{C_p}{C_f}\right) \times 100 = \left(1 - \frac{90}{2,71}\right) \times 100 = 96,99\%$$



#### 4. Konsentrasi PEG400 3 gram

$$R = \left(1 - \frac{C_p}{C_f}\right) \times 100 = \left(1 - \frac{90}{3,58}\right) \times 100 = 96,02 \%$$

#### 5. Konsentrasi PEG400 4 gram

$$R = \left(1 - \frac{C_p}{C_f}\right) \times 100 = \left(1 - \frac{90}{3,81}\right) \times 100 = 95,77 \%$$

Tabel I.4. Hasil Pengukuran Rejeksi Membran PVDF/PEG400-TiO<sub>2</sub> pada Variasi Konsentrasi Limbah Sintetik Air-Minyak

Konsentrasi Limbah Sintetik Air-Minyak	C <sub>p</sub> (ppm)	C <sub>f</sub> (ppm)	Rejeksi (%)
90 ppm	90	2,48	97,24
125 ppm	125	2,67	97,86
160 ppm	160	2,85	98,22

#### Perhitungan:

##### 1. Konsentrasi PEG400 0 gram

$$R = \left(1 - \frac{C_p}{C_f}\right) \times 100 = \left(1 - \frac{90}{2,48}\right) \times 100 = 97,24 \%$$

##### 2. Konsentrasi PEG400 1 gram

$$R = \left(1 - \frac{C_p}{C_f}\right) \times 100 = \left(1 - \frac{125}{2,67}\right) \times 100 = 97,86 \%$$

##### 3. Konsentrasi PEG400 2 gram

$$R = \left(1 - \frac{C_p}{C_f}\right) \times 100 = \left(1 - \frac{160}{2,85}\right) \times 100 = 98,22 \%$$



## LAMPIRAN J

### AKTIVITAS FOTOKATALITIK MEMBRAN

Tabel J.1. Hasil Pengukuran TOC Membran PVDF/PEG400-TiO<sub>2</sub> pada Variasi Konsentrasi PEG400

Sampel Name	Dilution Factor	Amount (mg/L)	Status	Date/Time
TOC-90 ppm	20	TOC:11.358 mg/L	Completed	6/16/2015 11:36
TOC-0%-2	20	TOC:7.073 mg/L	Completed	6/15/2015 9:44
TOC-0%-4	20	TOC:2.262 mg/L	Completed	6/15/2015 10:08
TOC-1%-2	20	TOC:5.610 mg/L	Completed	6/15/2015 10:29
TOC-1%-4	20	TOC:1.879 mg/L	Completed	6/15/2015 10:53
TOC-2%-2	20	TOC:4.620 mg/L	Completed	6/15/2015 13:37
TOC-2%-4	20	TOC:1.412 mg/L	Completed	6/15/2015 14:09
TOC-3%-2	20	TOC:5.338 mg/L	Completed	6/15/2015 11:24
TOC-3%-4	20	TOC:1.764 mg/L	Completed	6/15/2015 11:45
TOC-4%-2	20	TOC:6.709 mg/L	Completed	6/15/2015 12:07
TOC-4%-4	20	TOC:1.918 mg/L	Completed	6/15/2015 13:04

Tabel J.2. Hasil Pengukuran TOC Membran PVDF/PEG400-TiO<sub>2</sub> pada Variasi Konsentrasi Limbah Sintetik Air-Minyak

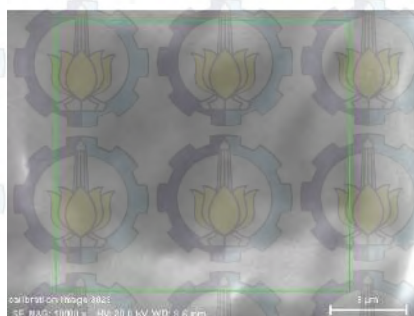
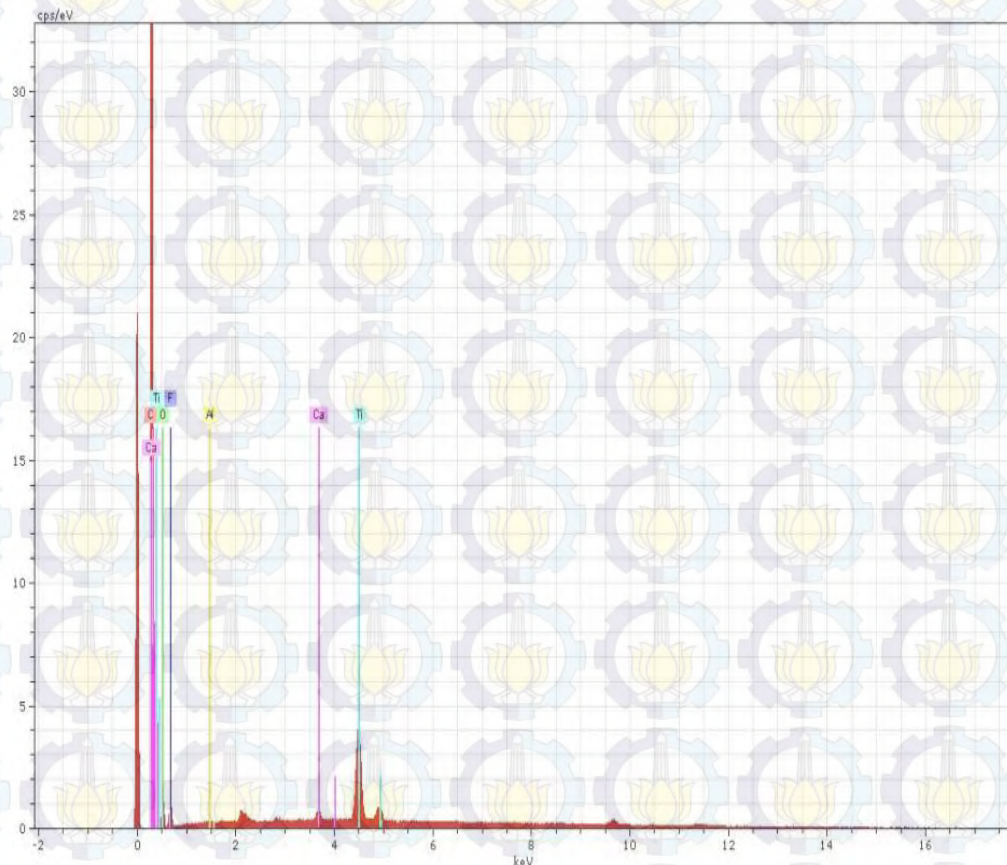
Sampel Name	Dilution Factor	Amount (mg/L)	Status	Date/Time
TOC-90 ppm	20	TOC:11358mg/L	Completed	6/16/2015 11:36
TOC-2%-90 ppm-2	20	TOC:4620mg/L	Completed	6/15/2015 13:37
TOC-2%-90 ppm-4	20	TOC:1412mg/L	Completed	6/15/2015 14:09
TOC-2%-90 ppm-6	20	TOC:651mg/L	Completed	6/15/2015 14:31
TOC-2%-90 ppm-8	20	TOC:85mg/L	Completed	6/15/2015 15:07
TOC-125 ppm	20	TOC:14219mg/L	Completed	6/16/2015 12:00
TOC-2%-125 ppm-2	20	TOC:5912mg/L	Completed	6/15/2015 15:30
TOC-2%-125 ppm-4	20	TOC:2527mg/L	Completed	6/15/2015 15:57
TOC-2%-125 ppm-6	20	TOC:1056mg/L	Completed	6/15/2015 16:22
TOC-2%-125 ppm-8	20	TOC:281mg/L	Completed	6/16/2015 9:16
TOC-160 ppm	20	TOC:17093mg/L	Completed	6/16/2015 13:04
TOC-2%-160 ppm-2	20	TOC:8219mg/L	Completed	6/16/2015 9:40
TOC-2%-160 ppm-4	20	TOC:3273mg/L	Completed	6/16/2015 10:13
TOC-2%-160 ppm-6	20	TOC:1896mg/L	Completed	6/16/2015 10:36
TOC-2%-160 ppm-8	20	TOC:342mg/L	Completed	6/16/2015 11:01



## LAMPIRAN K

### UJI SEM-EDX SETELAH APLIKASI

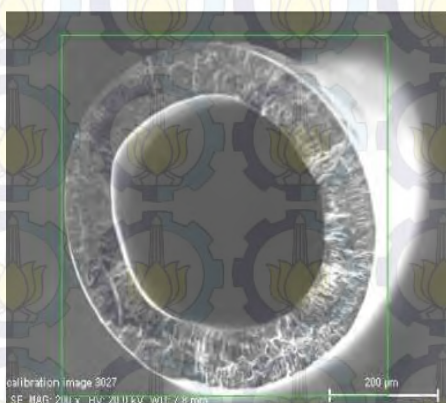
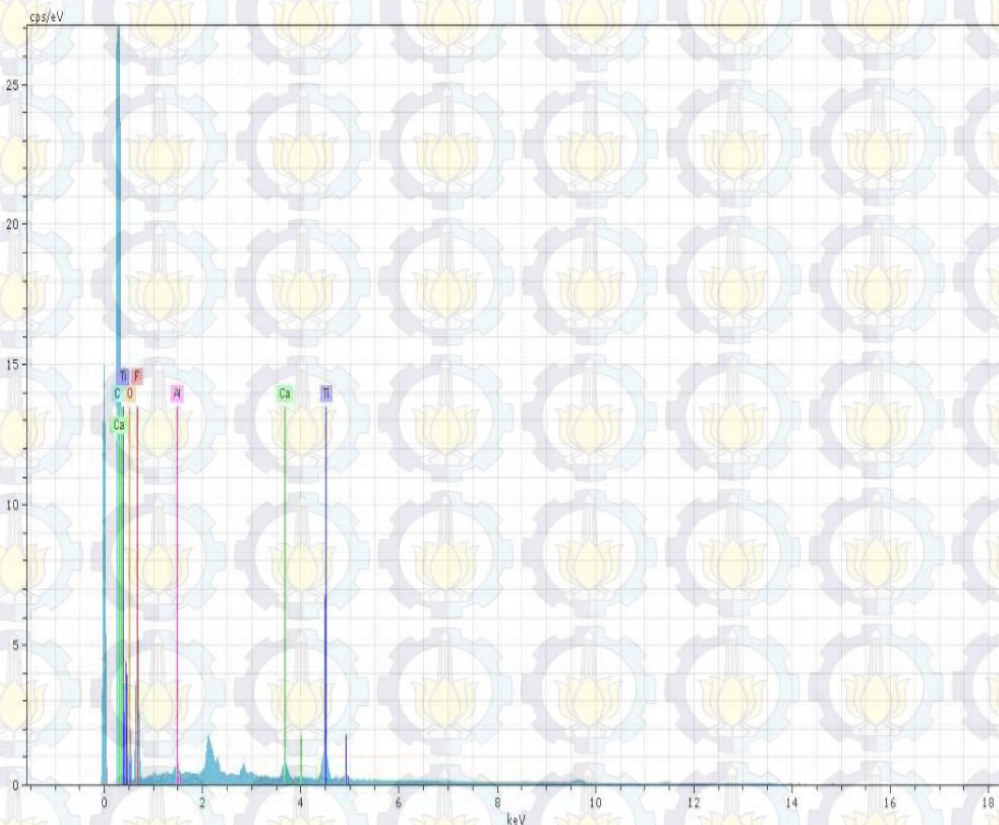
#### Application Note



	El	AN	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error [%]
C	6	K-series		69.15	69.16	78.27	21.3
O	8	K-series		12.31	12.31	10.46	19.1
F	9	K-series		13.89	13.89	9.94	4.9
Al	13	K-series		0.00	0.00	0.00	0.0
Ca	20	K-series		0.13	0.13	0.04	0.0
Ti	22	K-series		4.51	4.51	1.28	0.2
Total:				100.00	100.00	100.00	

Gambar K.1. Hasil Uji SEM-EDX Permukaan Membran PVDF/PEG400-TiO<sub>2</sub> Setelah Aplikasi Pemisahan Limbah Sintetik Air-Minyak



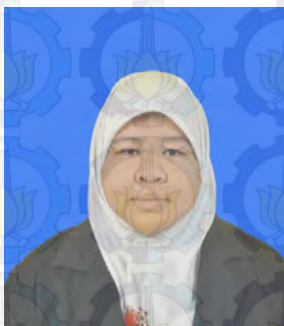


El	AN	Series	unn. C	norm. C	Atom. C	Error
			[wt.%]	[wt.%]	[at.%]	[%]
C	6	K-series	59.39	59.40	69.57	18.1
O	8	K-series	7.64	7.64	6.72	7.5
F	9	K-series	31.34	31.34	23.21	9.8
Al	13	K-series	0.03	0.03	0.02	0.0
Ca	20	K-series	0.31	0.31	0.11	0.0
Ti	22	K-series	1.27	1.27	0.37	0.1
Total:			100.00	100.00	100.00	

Gambar K.2. Hasil Uji SEM-EDX Penampang Lintang Membran PVDF/PEG400-TiO<sub>2</sub> Setelah Aplikasi Pemisahan Limbah Sintetik Air-Minyak



## BIODATA PENULIS



Penulis bernama lengkap Fithri Yatul Humairo, lahir di Surabaya tanggal 25 Oktober 1988, merupakan anak bungsu dari 4 bersaudara pasangan Khoiron (Alm) dan Zulaichah. Penulis telah menempuh pendidikan formal di SD Negeri I Sedati Gede Sidoarjo (1994-2000), SLTP Negeri I Waru Sidoarjo (2000-2003) dan SMA Negeri 1 Waru Sidoarjo (2003-2006). Penulis melanjutkan jenjang pendidikan S1 di Jurusan Kimia FSAINTEK UNAIR melalui jalur SPMB pada tahun 2006. Selama kuliah S1, penulis mengambil bidang minat Kimia Fisik. Selama masa studinya penulis aktif dalam bidang ekstrakurikuler dan kegiatan organisasi. Penulis pernah menjabat sebagai staff Kaderisasi JIMM BEM FSAINTEK UNAIR, ketua Keputrian JIMM BEM FSAINTEK Unair, sekretaris HRD JIMM BEM FSAINTEK UNAIR, sekretaris Remaja Masjid Al-Muttaqin Sidoarjo, dan lainnya. Penulis pernah mengikuti pelatihan kepemimpinan seperti LKMM-TD, LAMDA 1 JIMM BEM FSAINTEK UNAIR, LAMDA 2 JIMM BEM FSAINTEK UNAIR, LASKAR 3 UKMKI UNAIR, dan lainnya. Setelah mendapatkan gelar sarjana, penulis melanjutkan bekerja di PKPU Surabaya, analis kimia PT. Cahaya Poles Mulia Waru Sidoarjo, dan pengajar di LBB De Champion Sidoarjo. Selanjutnya pada tahun 2013, penulis mendapatkan BPPDN (Basiswa Program Pascasarjana Dalam Negeri) kategori Calon Dosen dan melanjutkan studi S2 di Kimia FMIPA-ITS. Penulis tercatat sebagai mahasiswa S2 Kimia angkatan 2013 dengan NRP. 1413 201 025. Pada akhir masa studi, penulis melakukan penelitian dalam bidang minat Kimia Fisik mengenai membran serat berongga PVDF/PEG400-TiO<sub>2</sub> untuk aplikasi pemisahan limbah sintetik yang mengandung minyak. Penelitian yang dilakukan penulis dibawah bimbingan Ibu Nurul Widiastuti, M.Si., Ph.D. dari Kimia ITS dan Bapak Profesor Ahmad Fauzi Ismail dari AMTEC (*Advanced Membrane Technology Research Centre*) UTM Malaysia.

Email : fitri.humairo@gmail.com

Mobile: 0821 3102 5953

0856 4557 2901